



SKRIPSI

**DIGERANILASI SANTON PADA EKSTRAK
DIKLOROMETANA KULIT BATANG WADUNG
(*Garcinia Tetranda* Pierre)**

**HESTI SELFIANA DWI JAYANTI
NRP 01211440000042**

**Dosen Pembimbing:
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**DEPARTEMEN KIMIA
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**



SCRIPT

**DIGERANYLATED XANTHONE OF WADUNG
(*Garcinia tetranda* Pierre) STEM BARK
DICHLOROMETHANE EXTRACT**

**HESTI SELFIANA DWI JAYANTI
NRP 01211440000042**

**Supervisor:
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
Faculty of Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

**DIGERANILASI SANTON PADA EKSTRAK
DIKLOROMETANA KULIT BATANG WADUNG (*Garcinia
tetrandra* Pierre)**

TUGAS AKHIR

Merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains
Pada
Bidang Studi Kimia Bahan Alam dan Sintesis
Program Studi S-1 Departemen Kimia
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

HESTI SELFIANA DWI JAYANTI
NRP 01211440000042

Surabaya, 23 Januari 2018

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA

2018

iii

LEMBAR PENGESAHAN

DIGERANILASI SANTON PADA EKSTRAK DIKLOROMETANA KULIT BATANG WADUNG (*Garcinia tetrandra Pierre*)

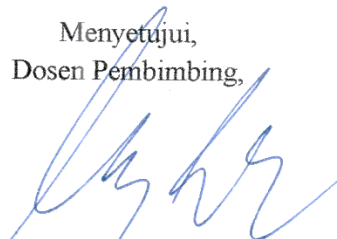
TUGAS AKHIR

Oleh:

HESTI SELFIANA DWI JAYANTI
NRP 0121144000042

Surabaya, 23 Januari 2018

Menyetujui,
Dosen Pembimbing,



Prof. Dr. Taslim Ersam
NIP. 19520816 197903 1 004

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc
NIP. 19710616 1997703 1 002

*Karya ini ku persembahkan kepada
My Wonder Woman, Ibu dan kakak tercinta
Teman seperjuangan sejak jaman maba, Nia dan Malinda
Teman-teman Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis
Kakak-kakak terbaik seperjuangan : Astried, Faizadlatus,
Faizatul, Ubay
Teman-teman PSDM Arogan, Sinergy dan Gamma
Dan tentunya teman-teman Galaxy*

**DIGERANILASI SANTON PADA EKSTRAK
DIKLOROMETANA KULIT BATANG WADUNG (*Garcinia
tetrandra* Pierre)**

Nama Mahasiswa : Hesti Selfiana Dwi Jayanti
NRP : 01211440000042
Departemen, Fakultas : Kimia, Ilmu Alam
Pembimbing : Prof. Dr. Taslim Ersam

Abstrak

Penelitian ini melanjutkan penelitian terdahulu tentang spesies *Garcinia tetrandra* Pierre yang termasuk dalam genus *Garcinia* dan keluarga besar *Clusiaceae* yang mengandung turunan senyawa santon terprenilasi, didapatkan dari Koleksi Taman Nasional Meru Betiri, Jember, Jawa Timur. Senyawa **1** yang merupakan mangostanasanton I (**1**) telah berhasil diisolasi dari ekstrak diklorometana kulit batang *G. tetrandra* Pierre menggunakan metode ekstraksi secara maserasi yang dielusi dengan berbagai pelarut dengan menaikkan kepolarannya, fraksinasi menggunakan berbagai metode kromatografi (kromatografi cair vakum dan kromatografi kolom grafitasi), dan pemurnian menggunakan rekristalisasi dua pelarut. Penentuan struktur senyawa didasarkan pada analisa spektroskopi IR, UV, ¹H-NMR, dan ¹³C-NMR.

Kata Kunci : *Santon, Garcinia tetrandra* Pierre

DIGERANYLATED XANTHONE OF WADUNG (*Garcinia tetrandra* Pierre) STEM BARK DICHLOROMETHANE EXTRACT

Student Name : Hesti Selfiana Dwi Jayanti
NRP : 01211440000042
Department, Faculty : Kimia, Ilmu Alam
Supervisor : Prof. Dr. Taslim Ersam

Abstract

Digeranylated xanthone which has similarity with mangostanaxhantones I (**1**) was isolated from the stem bark of *Garcinia tetrandra* which continues the previous research and can be found in Meru Betiri National Park Collection, Jember, East Java. The dichloromethane extract from the stem bark of *G. tetrandra* was obtained by maseration method eluted with gradient of various solvents by increasing the polarity, fractionation using various chromatographic methods (vacuum liquid chromatography and column gravity chromatography), and was purified by recrystallization. This structure was elucidated on the basis of IR, UV, ¹H-NMR and ¹³C-NMR spectroscopic data in addition to comparison with literature data.

Keyword : *Xanthone, Garcinia tetrandra* Pierre

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur atas limpahan rahmat-Nya sehingga naskah yang berjudul “**Digeranilasi Santon Pada Ekstrak Diklorometana Kulit Batang Wadung (*G. tetrandra* Pierre)**” ini dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini bisa terwujud dengan baik atas bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Allah SWT sang pemberi rahmat, nikmat, serta perencanaan terbaik.
2. Rasulullah sebagai suri tauladan dalam menjalani hidup di dunia.
3. Prof. Dr. Taslim Ersam, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
4. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Ketua Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
5. Drs. Lukman Atmaja M.Si, Ph.D yang telah menjadi dosen wali terbaik dan selalu mensupport apapun pilihan saya dari semester 1 hingga saat ini.
6. Ibu (Muntinah) dan kakak (Hetu Kristian Dewi Susanti) yang selalu memberikan semangat, dukungan dan doa.
7. Dosen, teman-teman galaxy, dan teman-teman Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis yang membantu dan senantiasa memberikan semangat dalam pengerjaan Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Penulis mengharapkan saran yang bersifat membangun terhadap tulisan ini. Semoga naskah ini memberikan

manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait.

Surabaya, 23 Januari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	iv
Abstrak	vi
Abstract	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.4 Tujuan	3
BAB II	5
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Botani Genus <i>Garcinia</i>	5
2.2 Tinjauan Senyawa Santon	6
2.4 Metode Isolasi dan Pemurnian senyawa	12
2.4.1 Ekstraksi	12
2.4.2 Kromatografi	13
2.4.3 Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (NMR)	15
2.5.2 Spektrofotometri Inframerah (IR)	17
2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis	18
METODOLOGI PERCOBAAN	19
3.1 Alat	19
3.2 Bahan	19
3.3 Prosedur Kerja	19
3.3.1 Ekstraksi dan Isolasi	19
3.3.2. Penentuan Struktur Senyawa	22

BAB IV	23
HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Isolasi dan Pemurnian Senyawa.....	23
4.2 Uji Kemurnian Senyawa	25
4.2 Identifikasi Struktur Senyawa 1	27
BAB V	39
KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA.....	41
LAMPIRAN	49
1) Skema Umum Penelitian	49
2) Skema Utuh Penelitian.....	50
3) Data Penentuan Struktur Senyawa.....	51
a. Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH	51
b. Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl ₃ dan HCl	52
c. Spektrum IR senyawa 1	53
d. Spektrum ¹ H-NMR senyawa 1	54
e. Spektrum ¹³ C-NMR senyawa 1	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Usulan jalur biogenesis senyawa santon pada <i>G. tetrandra</i> Pierre	4
Gambar 4.1 Hasil Kromatogram fraksi gabungan dari KCV pertama dengan eluen etil asetat : <i>n</i> -heksana20%	23
Gambar 4.2 Hasil kromatogram fraksi gabungan E5/1-E5/8 dengan eluen etil asetat : <i>n</i> -heksana (15%).....	24
Gambar 4.3 Hasil kromatogram padatan E5/5/3/3 (a) sebelum rekristalisasi (b) setelah reristalisasi dengan eluen etil asetat : <i>n</i> -heksana (25%)	26
Gambar 4.4 Hasil kromatogram tiga eluen padatan E5/5/3/3 dengan eluen (a) etil asetat : <i>n</i> -heksana (10%), (b) metanol : diklorometana (1%), dan (c) etil asetat : diklorometana (10%)	26
Gambar 4.5 Hasil Kromatogram 2D padatan E5/5/3/3 menggunakan eluen dikloro metana 100% dan etil asetat : <i>n</i> -heksana (15%).....	26
Gambar 4.6 Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH 2N	27
Gambar 4.7 Keseimbangan keto-enol pada gugus hidroksi dan karbonil pada posisi para akibat penambahan basa NaOH (Ito C., et al., 1997)	28
Gambar 4.8 Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl ₃ dan HCl	28
Gambar 4.9 Spektrum IR senyawa 1 dengan pelet KBr	30
Gambar 4.10 Usulan jalur biogenesis baru senyawa santon pada <i>G. tetrandra</i> Pierre	37

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Klasifikasi <i>G. nobilis</i> secara taksonomi	6
Tabel 2.2 Data serapan karbon ^{13}C NMR.....	16
Tabel 2.3 Data serapan karbon ^1H NMR.....	17
 Tabel 3.1 Proses Elusi Kromatografi Cair Vakum Pertama (Wulandari, 2017).....	 21
 Tabel 4.1 Perbandingan δ_{H} ^1H -NMR dan δ_{C} ^{13}C -NMR dalam CDCl_3 antara senyawa Mangostanasanton I (Mohamed, et al., 2014) dan senyawa 1	 32

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dunia menyimpan begitu banyak sumber daya alam. Diperkirakan terdapat 25.000 spesies tumbuhan tingkat tinggi tersebar di seluruh dunia, 30.000 diantaranya berada di Indonesia. Oleh karena itu, Indonesia disebut sebagai megabiodiversitas (Ersam, 2001). Selain jumlah kepulauan yang besar serta laut yang luas, membuat Indonesia memiliki hutan hujan tropis yang selalu menjadi sorotan utama, karena didalam hutan hujan tropis tersebut tersimpan variabilitas baik tanaman, hewan, maupun mikroorganisme. (Kosela, 1999). Namun, keanekaragaman hayati tersebut secara bertahap berkurang dikarenakan eksplorasi berlebihan dengan cara yang tidak tepat berupa penebangan liar maupun pembukaan lahan guna pertanian maupun pemukiman yang tidak disertai dengan penanaman kembali. Padahal sejatinya, tumbuhan merupakan salah satu aspek penting dalam kehidupan manusia sebab bisa dimanfaatkan sebagai sandang pangan, dan papan. Selain itu, tumbuhan tertentu juga dapat dimanfaatkan sebagai obat-obatan herbal dan setelah diteliti, ternyata mengandung senyawa kimia yang bermanfaat bagi kesehatan manusia. Senyawa yang dimaksud adalah senyawa metabolit sekunder. Bagi tanaman, senyawa metabolit sekunder merupakan bentuk adaptasi terhadap lingkungan, sehingga jumlah yang diproduksi juga relatif sedikit. Dalam satu famili, kemungkinan ditemukan senyawa yang sama relatif tinggi. Salah satu tumbuhan yang banyak diteliti karena kandungan senyawa metabolit sekundernya adalah famili *Clusiaceae* (Lukis P.A. & Ersam T, 2011).

Clusiaceae atau *Guttiferae* merupakan famili tumbuhan tingkat tinggi yang dikenal sebagai penghasil damar atau getah resin (Peres V & Nagem T. J, 1997). Umumnya famili *Clusiaceae*

berupa pohon atau semak, dan jarang ditemukan dalam bentuk herba (Steenis, G. G. J. V, et al., 1975), Famili ini memiliki 40 genus dan 1000 spesies yang tersebar merata di dunia dengan empat genus utama yaitu *Calophyllum*, *Mesua*, *Mammea*, dan *Garcinia* (Sultanbanwa, 1980). Genus *Garcinia* memiliki banyak manfaat seperti pencegah erosi, buah nya dapat dikonsumsi sebagai obat herbal, dan kayunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar. Seyawa metabolit sekunder yang banyak terdapat dalam genus *Garcinia* diantaranya adalah santon, flavonoid, biflavonoid, dan depsidon (Sukandar, 2014).

Salah satu spesies *Garcinia* yang belum banyak dilaporkan namun mengandung senyawa bioaktif yang baik bagi kesehatan adalah *Garcinia tetrandra* Pierre. Tanaman ini dapat ditemukan di Taman Nasional Meru Betiri, Jember, yang biasa disebut masyarakat sebagai “wadung”. Pada penelitian sebelumnya, telah berhasil ditemukan senyawa santon dan turunannya (Ersam, 2005). Senyawa santon yang diisolasi dari tumbuhan *G. tetrandra* Pierre ini ditemukan pada bagian kayu batang (Purwaningsih, 2006), kulit akar (Astuti, 2005); (Meilani, 2006), kayu akar (Riyanto, 2006) dan kulit batang (Wijayanto, 2006).

Didasarkan dari senyawa-senyawa yang sudah dihasilkan dari *G. tetranda* Pierre yang dapat dilihat dalam saran jalur biogenesis pembentukan senyawa berdasarkan tingkat oksidasinya pada Gambar 1.1, memperlihatkan masih ada prospek untuk dapat ditemukan senyawa lain dari santon terpenilasi.

1.2 Rumusan Masalah

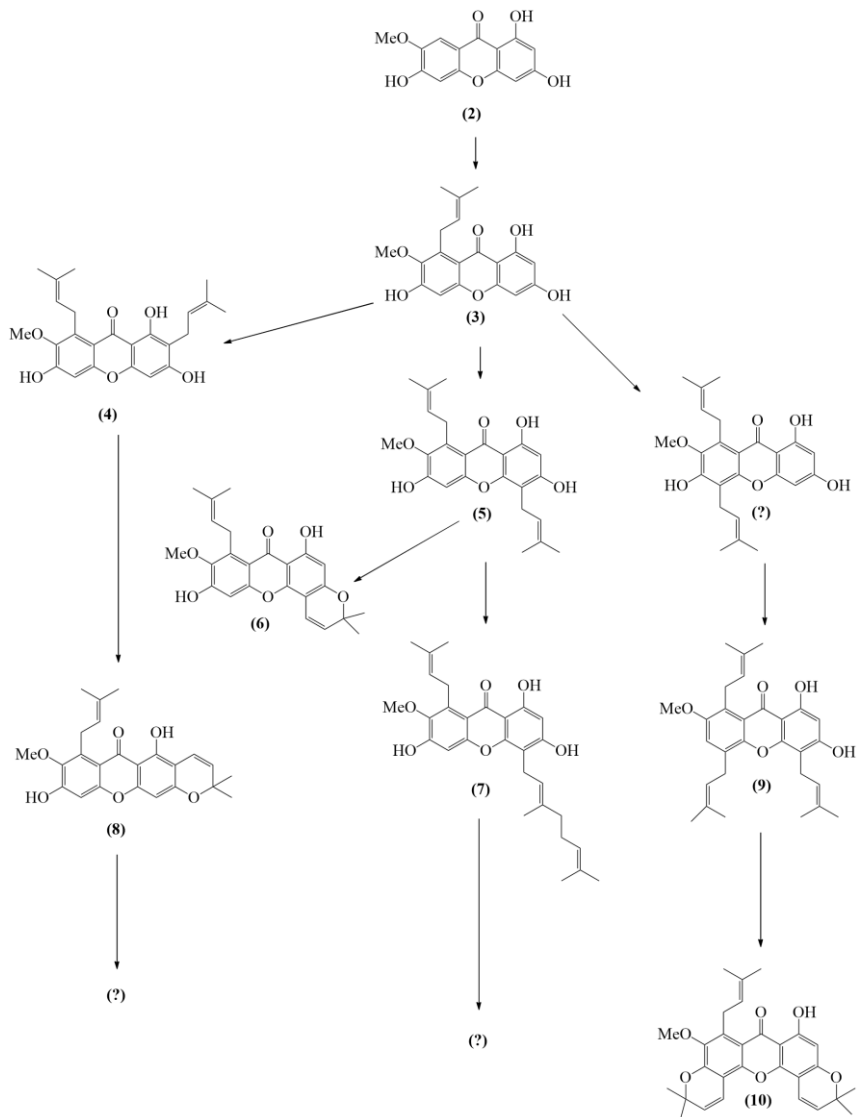
Permasalahan dalam penelitian ini berdasarkan saran jalur biogenesis, ada beberapa peluang untuk ditemukan senyawa santon baru.

1.3 Hipotesis

Hipotesa yang digunakan dalam penelitian ini adalah masih dapat ditemukan senyawa santon baru dari tanaman *G. tetrandra* Pierre.

1.4 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa santon lain dari bagian kulit batang tanaman *G. tetrandra* Pierre



Gambar 1.1 Usulan jalur biogenesis senyawa santon pada *G. tetrandra* Pierre

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Botani Genus *Garcinia*

Genus *Garcinia* memiliki kelimpahan yang cukup besar dalam famili *Clusiaceae* yaitu sekitar 300 spesies (Steenis, G. G. J. V, et al., 1975). Genus ini tersebar luas di Asia, Afrika, Amerika Selatan, dan Polynesia tetapi paling banyak ditemukan di hutan hujan tropis di Asia Tenggara khususnya Indonesia (Ampofo, S. A & Waterman, P. G, 1986). *Garcinia* merupakan tumbuhan dengan ukuran paling besar dalam famili *Clusiaceae* dan dapat tumbuh hingga menjacapai ketinggian 30-35 meter. Semua bagian dari tanamannya mengeluarkan getah putih atau kuning kental dan lengket jika digores (Nor, F, et al., 2012 & Sosef, M. S. M, et al., 1998). Daunnya memiliki tulang daun menyirip yang selalu berwarna hijau dengan tekstur yang kasar, dan terkadang daunnya tidak terdapat batang penumpu. Buahnya memiliki bentuk dan struktur yang beragam, yang mana ketika masak dapat membuka atau tetap tertutup. Pada umumnya, daging buah dari *Garcinia* berisi 2-8 biji (Steenis, G. G. J. V, et al., 1975).

Salah satu spesies dari genus *Garcinia* yang diteliti pada percobaan ini adalah *G. tetrandra* Pierre. *G. tetrandra* Pierre merupakan tanaman yang hidup diwilayah hutan hujan tropis, dan tersebar diseluruh wilayah indonesia seperti Sulawesi Utara, Kalimantan, Sumatera, NTT, Maluku, dan Jawa. Tanaman ini dilestarikan di Taman Nasional Meru Betiri, Jember dan Kebun Raya Bogor. Tanaman ini memiliki ciri-ciri berupa dapat tumbuh hingga mencapai ketinggian 18 meter dan diameter batang 30 centimeter. Daun tanaman ini berbentuk lonjong dngan buah berwarna orange kemerahan. Masyarakat setempat mengenal tanaman ini dengan istilah “wadung”. Adapun klasifikasi berdasarkan taksonominya dpat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Klasifikasi *G. tetranda* secara taksonomi

Klasifikasi	Nama Taksonomi
Kingdom	Plantae
Divisi	Spermatophyta
Subdivisi	Angiospermae
Kelas	Dicotyledone
Subkelas	Archichlamydeae
Ordo	Periales
Famili	Cluceaceae
Genus	<i>Garcinia</i>
Spesies	<i>Garcinia tetrada</i>

(Niu S, et al., 2012).

2.2 Tinjauan Senyawa Santon

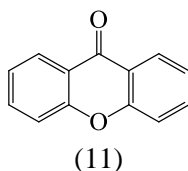
Setiap tanaman pada dasarnya akan menghasilkan senyawa metabolit primer dan sekunder. Senyawa metabolit primer digunakan untuk pertumbuhan dan perkembangan dari tanaman tersebut. Sedangkan senyawa metabolit sekunder merupakan konversi dari senyawa metabolit primer melalui proses biosintesis menggunakan enzim. Senyawa metabolit sekunder yang dihasilkan akan memiliki struktur yang khas, berbeda antara satu tanaman dengan tanaman yang lain dan pada umumnya bisa dimanfaatkan sebagai agen antibakteri, antioksidan, bahkan antikanker.

Salah satu jenis senyawa metabolit sekunder adalah fenolat. Fenolat memiliki ciri khusus berupa gugus hidroksil yang terikat pada cincin aromatik dan terkhelat dengan gugus karbonil. Turunan senyawa fenolat diantaranya flavon, kumarin, tanin, benzofenon, dan santon (Harbone, 1987).

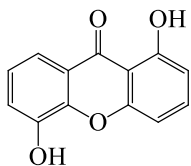
Santon merupakan senyawa yang terbentuk dari jalur astetat C1-4 dan jalur siklimat C5-8 dengan rumus molekul $C_{13}H_8O_2$ yang banyak dijumpai pada tanaman famili *Cluciaceae* (manggis-manggisan). Senyawa ini termasuk kedalam golongan heterosiklik teroksigenisasi yang memiliki berbagai macam

struktur dan sifat. Berdasar penelitian sebelumnya, didapatkan data bahwa terdapat sekitar 200 jenis turunan senyawa santon yang mana hampir semua molekulnya memiliki gugus fenol dan 40 diantaranya ditemukan di bagian kulit. Perbedaan antara senyawa santon satu dengan senyawa santon yang lain adalah letak substituenya.

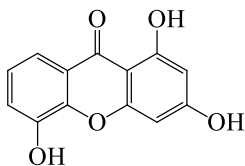
Berdasar struktur dasarnya (**11**), santon dapat diklasifikasikan menjadi lima jenis yaitu santon teroksigenasi sederhana, santon teralkilasi, santonoligonoid, glikosida santon, dan santon terprenilasi (Peres, et al., 2000). Pada *Garcinia*, santon yang banyak ditemukan berasal dari jenis santon teroksigenasi sederhana dan santon terprenilasi.



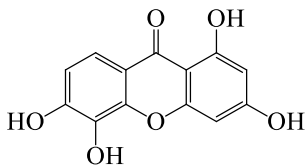
Santon teroksigenasi merupakan jenis santon yang satu atau lebih atom hidrogen pada cincin aromatiknya digantikan oleh gugus hidroksi (-OH) atau metoksi (-OMe). Beberapa santon jenis ini telah dilaporkan pada beberapa tumbuhan dalam genus *Garcinia* diantaranya 1,5-dihidroksisanton (**12**) dan 1,3,5-trihidroksisanton (**13**) terdapat dalam kulit batang *G. assigu* (Ito C., et al., 1997), 1,3,5,6-tetrahidroksisanton (**14**) terdapat dalam batang *G. bracteata* (Niu, et al., 2012) dan 2-hidroksi-1-metoksisanton (**15**) yang berasal dari *Hypericum chinese* (Tanaka, et al., 2009).



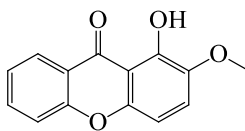
(12)



(13)

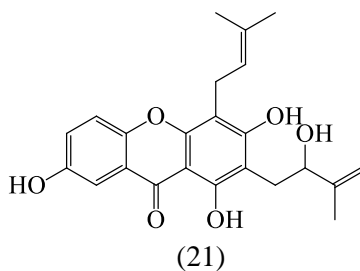
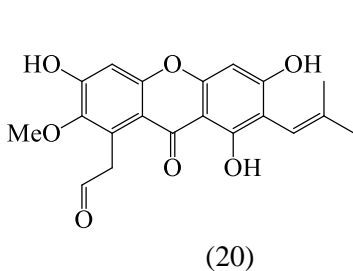
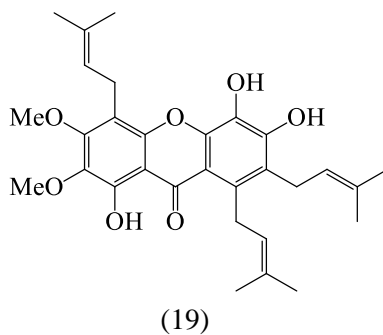
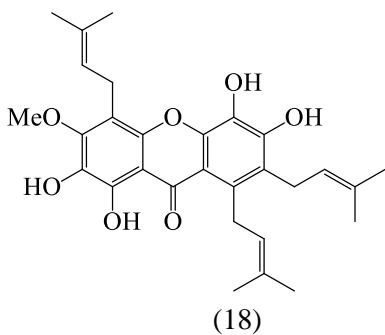
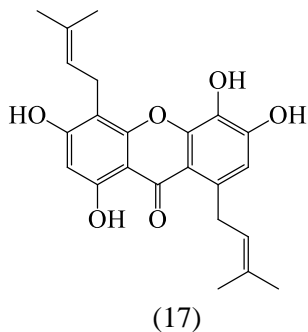
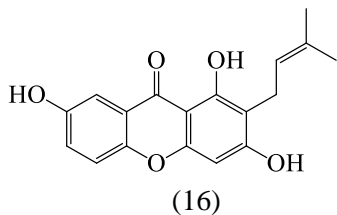


(14)



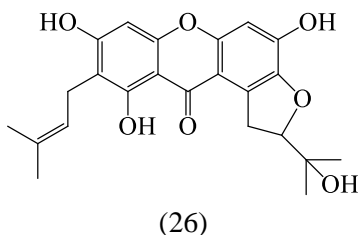
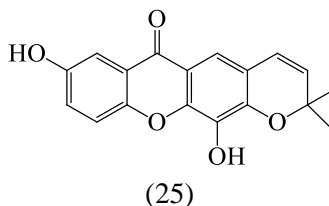
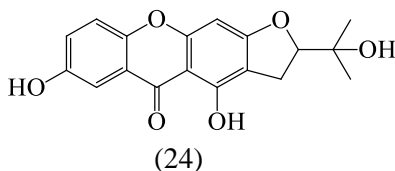
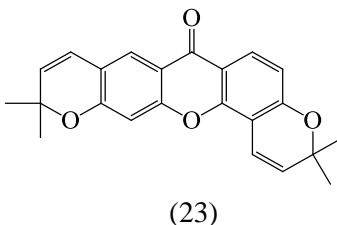
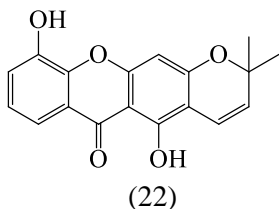
(15)

Santon terprenilasi merupakan jenis santon yang satu atau lebih atom hidrogen pada cincin aromatik digantikan oleh gugus alkil. Gugus alkil tersebut dapat berupa prenil, geranil, maupun cincin siklik. Struktur santon terprenilasi tersubstitusi gugus prenil yang telah ditemukan diantaranya 1,3,7-trihidroksi-2-prenilsanton (**16**) ditemukan pada *G. panciforum* (Ito, et al., 1997), Schomburgxanthone A (**17**) pada *G. schomburgkiana* (Risky, et al., 2016), nujiangexanthones A (**18**) dan nujiangexanthones B (**19**) yang ditemukan pada *G. nujiangensis* (Tang, et al., 2015). Selain itu, telah ditemukan pula Oxoethylmangostine (**20**) dari *G. mangostana* (Won, et al., 2011) dan 1,3,7-trihidroksi-2-(2-hidroksi-3-metilbut-3-enil)-4-(3-metilbut-2-enil) (**21**) pada *G. cochincinese* (Won, et al., 2011).



Santon tersiklisasi merupakan jenis santon yang mengalami siklisasi oksidatif antara gugus hidroksi pada posisi orto dengan atom karbon isoprenil sehingga membentuk cincin siklik tambahan yaitu piran dan furan. Santon tersiklisasi yang telah berhasil diisolasi diantaranya *6-deoxy-jacareubin* (**22**) dari buah *G.*

nujiangensis (Gottlieb, et al., 1968), Rheediasanton A (**23**) dari kulit kayu *G. merguensis* (Nguyen, et al., 2002), atrovidrin (**24**) dari *G. atrovodis* (Peres & Nagem, 1997), garciniasanton B (**25**) dari *G. subelliptica* (Peres & Nagem, 1997), dan garsimangosanton B (**26**) dari *G. mangostana* (Zhang, et al., 2010).

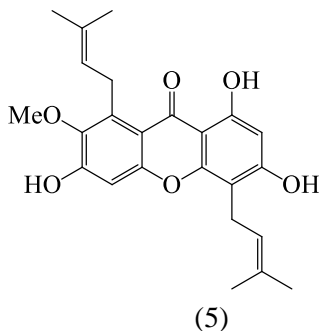
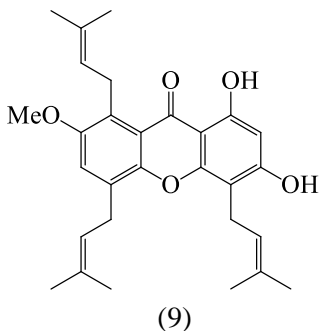
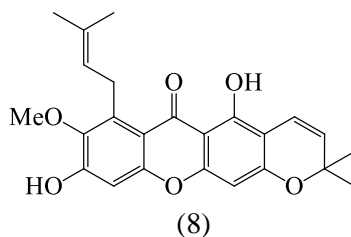
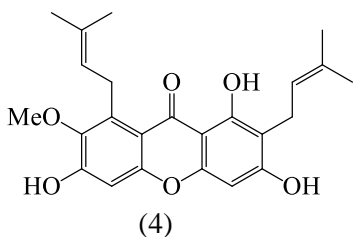


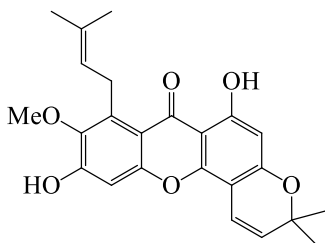
2.3 Senyawa Santon dalam *G. tetrandra* Pierre

Berdasarkan laporan penelitian sebelumnya dari tim peneliti Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis dan Sintesis ITS mengenai senyawa santon, terdapat beberapa senyawa santon trioksigenasi dan tetraoksigenasi yang telah termodifikasi pada *G. tetrandra* Pierre. Adapun tanaman dari *G. tetrandra* Pierre yang pernah diteliti yaitu bagian kulit akar dan kulit batang dan telah

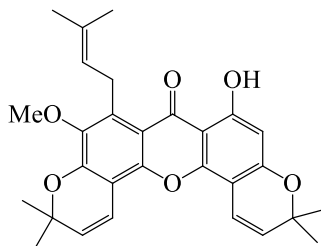
dilaporkan mengandung senyawa thawaitesixanthone, 3- α - hopenol, cambogin dan camboginol yang dapat berperan agen antioksidan dan agen antibakterial (Hartati, et al., 2000; Hartati, et al., 2001; Hartati, et al., 2002).

Senyawa-senyawa santon yang pernah ditemukan dalam bagian kulit batang *G. tetrandra* Pierre diantaranya α -mangostin (**4**), 3-isomangostin (**8**) (Astuti, 2005), 1,3-dihidroksi-7-metoksi-4,5,8-triprenilsanton (**9**) (Maulina & Ersam, 2006), dan 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2-(3-metoksi-3-metilbut-1-enil)-8-prenilsanton (Wijayanto & Ersam, 2006). Senyawa santon yang ditemukan pada bagian kulit akar *G. tetrandra* Pierre diantaranya 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-4,8-diprenilsanton (**5**) (Rizani & Ersam, 2006), 1,6-dihidroksi-7-metoksi-8-prenil-(3,4)-kromanosanton (**6**) dan 1-hidroksi-7-metoksi-8-prenil-(3,4),(5,6)-dikromanosanton (**10**) (Meilani, 2006). Senyawa-senyawa santon yang ditemukan pada kayu akar yaitu 1,3,6,7-tetrahidroksi santon (**2**) dan Dulsanton D (**3**) (Riyanto, 2006).





(6)



(10)

2.4 Metode Isolasi dan Pemurnian senyawa

2.4.1 Ekstraksi

Ekstraksi adalah metode pemisahan suatu senyawa dari komponen-komponennya berdasarkan perbedaan kelarutan. Prinsip ekstraksi adalah distribusi zat-zat terlarut antara dua lapisan yang tidak saling larut, antara zat terlarut dan pelarut dikarenakan memiliki perbedaan kepolaran. Senyawa non-polar dan polar akan larut dalam pelarut polar sedangkan komponen atau senyawa yang diinginkan dapat dipisahkan dari campurannya secara selektif (Harbone, 1987)

Terdapat beberapa metode ekstraksi antara lain dengan cara dingin yaitu dengan maserasi dan perkolasi sedangkan dengan cara panas yaitu refluks, sokletasi, digesti, infus dan dekok.

- **Maserasi** adalah cara ekstraksi yang paling sederhana dimana sampel direndam dalam pelarut sampai meresap dan susunan selnya menjadi lunak sehingga zat-zat yang mudah larut akan larut. Adapun tujuan dari metode ekstraksi ini adalah untuk memperoleh komponen kimia yang terdapat dalam tumbuhan. Ekstraksi ini didasarkan pada prinsip perpindahan massa komponen zat ke dalam pelarut, dimana perpindahan mulai terjadi pada lapisan antar muka kemudian berdifusi masuk kedalam larutan (Harbone, 1987).

- **Perkolasi** yaitu teknik ekstraksi dengan bahan yang sudah halus diekstraksi dalam pelarut yang sesuai dengan cara pelarut secara perlahan-lahan dialirkan ke dalam suatu kolom yang berisi sampel sehingga diperlukan pelarut yang lebih banyak. Pelarut yang digunakan tidak mudah menguap dan dapat melarutkan senyawa kimia yang akan diisolasi dengan baik.
- **Metode sokletasi**, yaitu teknik ekstraksi dengan menggunakan alat soklet. Pelarut pada labu alas bulat diuapkan dan mengalami kondensasi setelah sampai di kondensor, selanjutnya bersama ekstrak turun kembali ke dalam labu bundar (Pavia, D. L, et al., 2001)

2.4.2 Kromatografi

Kromatografi merupakan metode pemisahan yang didasarkan atas distribusi diferensial komponen sampel di antara dua fasa, yaitu fasa diam (stationary phase) dan fase gerak (mobile phase). Fase diam dapat berupa padatan atau cairan yang terikat pada permukaan padatan (kertas atau adsorben) yang berfungsi sebagai adsorben, sedangkan fase gerak dapat berupa cairan atau gas yang biasa disebut sebagai eluen atau pelarut yang berfungsi untuk membawa senyawa yang memiliki tingkat kepolaran yang sama dengannya. Gerakan fasa gerak ini mengakibatkan terjadinya migrasi diferensial komponen-komponen dalam sampel (Alimin & Idris, 2007).

Adapun macam-macam kromatografi adalah sebagai berikut,

- **Kromatografi lapis tipis (KLT)** merupakan jenis kromatografi yang memanfaatkan lempeng gelas atau aluminium yang dilapisi dengan lapisan tipis alumina, silica gel, atau bahan kristal lainnya. Prinsip kromatografi lapis tipis adalah pemisahan yang didasarkan pada adsorpsi

senyawa oleh permukaan lempeng tipis yang dimanfaatkan dalam analisa kualitatif. Lapisan tipis adsorben pada pemisahan menggunakan kromatografi lapis tipis berlaku sebagai fasa diam. Pelarut yang berada di dasar plat akan terserap dan membawa noda sampel ke bagian atas plat. Indikasi senyawa telah selesai terekstrak dan didapatkan senyawa murni adalah dengan tidak adanya noda/spot baru setelah beberapa waktu atau hanya noda tunggal pada plat (Hostettmann, K & Marston, A, 1994). Sampel yang hanya memberikan 1 noda menunjukkan bahwa sampel tersebut telah murni, namun apabila noda yang dihasilkan semakin banyak, maka semakin banyak pula macam senyawa yang ada pada sampel tersebut (Gandjar I. G & Rahman A, 2008).

- **Kromatografi kolom Gravitasi (KKG)** merupakan metode pemisahan yang dilakukan dengan cara mengelusi bahan dengan pelarut (fasa gerak atau eluen) melewati fasa diam yang umumnya bersifat polar seperti silika gel atau alumunium oksida. Umumnya, kolom yang digunakan berupa kolom kaca dengan bagian bawah kolom dilengkapi kran sebagai pengatur volume zat yang keluar. Sebelum proses elusi, fasa diam harus dialiri dengan eluen murni dengan kondisi fase gerak harus rata dan tanpa celah supaya proses aliran zat nantinya bisa rata (Gandjar I. G & Rahman A, 2008). Eluen yang bersifat polar nantinya akan mengisi permukaan adsorben sehingga akan mengurangi tingkat adsorbat untuk teradsorb dan adsorbat bisa turun ke bagian bawah kolom. Pada umumnya, eluen polar akan lebih mudah melarutkan senyawa yang bersifat polar pula digunakan (Gandjar & Rohman, 2007).
- **Kromatografi Cair Vakum (KCV)** merupakan modifikasi dari metode kromatografi kolom. Aliran fasa gerak yang melewati kolom pada metode KCV ditingkatkan dengan

menambahkan pompa vakum dari bawah kolom sehingga pelarut tertarik kuat ke bawah dan lebih mudah untuk melewati kolom. Selain itu bisa juga dilakukan dengan pemberian tekanan dari atas kolom supaya pelarut dapat terdorong kebawah. Metode ini lebih efektif digunakan untuk memisahkan bahan dalam jumlah besar dengan waktu pemisahan yang relatif singkat (Gandjar I. G & Rahman A, 2008).

2.4.3 Spektrometri Resonansi Magnetik Inti (NMR)

Spektrofotometri resonansi magnetik inti (NMR) digunakan untuk menentukan struktur dari suatu senyawa berdasarkan serapan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi radio (4-900 Hz) oleh inti atom yang berada dalam medan magnetik (Oxtoby, 2003). Metode ini dapat digunakan untuk menentukan senyawa organik mulai dari yang sederhana, hingga yang berbentuk biopolymer sangat kompleks seperti protein dan asam lemak (Supratman, 2010).

Metode NMR digunakan untuk mengetahui jenis atom dan jumlah lingkungan hidrogen (^1H -NMR) maupun karbon (^{13}C -NMR) dari suatu molekul (Supratman, 2010). Spektrum NMR berupa plot antara intensitas sinyal dengan pergeseran kimia. Pergeseran kimia menyatakan perbedaan frekuensi dan resonansi inti dengan senyawa standar. Senyawa standar yang sering digunakan adalah tetrametilsilan (TMS) (Zhang, 2007). TMS dipilih sebagai standar karena proton-protonnya sangat terlindungi jika dibandingkan dengan senyawa yang diuji (Pavia, D. L, et al., 2001). Proton-proton akan menunjukkan serapan lemah terhadap TMS pada rentang 0-10 ppm, sedangkan karbon-karbon akan menunjukkan serapan pada rentang 0-24 ppm. Data serapan proton dan karbon pada spektrofotometri ^1H NMR dan ^{13}C NMR dapat dilihat pada tabel 2.2 dan 2.3 (Solomon, et al., 2001)

Tabel 2.2 Data serapan karbon ^{13}C NMR

Gugus Karbon	Pergeseran Kimia (ppm)
TMS	0
R-CH ₃	0-30
R ₂ CH ₂	20-45
R ₃ CH	30-60
R ₄ C	30-50
-O-CH ₃	50-60
-N-CH ₃	15-45
C \equiv C	75-95
C (aromatik)	110-155
C (heteroaromatik)	105-165
C \equiv N	115-125
C=O (karboksilat)	115-185
C=O (aldehid atau keton)	185-225

Pelarut yang digunakan pada identifikasi senyawa menggunakan spektrofotometri NMR haruslah inert, memiliki titik didih yang rendah, murah, dan memiliki sedikit proton, misalnya Kloroform terdeterasi (CDCl_3) (Silverstein, R. M, et al., 2005). Satuan pergeseran kimia pada spektra NMR adalah ppm. Spektra NMR terbagi menjadi dua jenis, yaitu *downfield* terletak disebelah kiri sumbu-x (jauh dari TMS) dan *upfield* terletak disebelah kanan (dekat dengan TMS). *Downfield* dan *upfield* dipengaruhi oleh lingkungan protonnya, semakin lingkungan tersebut kaya akan elektron (proton semakin terlindungi) maka akan semakin bersifat *upfield* (Zhang, 2007).

Tabel 2.3 Data serapan karbon ^1H NMR

Jenis Proton	Pergeseran Kimia (ppm)
TMS	0
R-CH ₃	0,11-2,2
R ₂ CH ₂	1,2-1,4
R ₃ CH	1,4-6,5
Ph-CH ₃	2,2-2,5
R-CH ₂ -I	3,1-3,3
R-CH ₂ -Br	3,4-3,6
R-CH ₂ -Cl	3,6-3,8
R-CH ₂ -F	4,3-4,4
R-CH-Cl ₂	5,8-5,9
RC=CH	2,3-2,9
R-CO-CH ₃	2,0-2,7
R-O-CH ₃	3,3-3,9
R ₂ C=CHR	4,9-5,9
ArH	6,0-8,0
RCHO	9,4-10,4
R-COOH	10-12
R-OH	1-6
Ar-OH	6-8
R ₂ -NH	2-4

2.5.2 Spektrofotometri Inframerah (IR)

Spektrofotometri Inframerah merupakan metode analisa struktur suatu molekul untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan jenis ikatannya. Prinsip kerja dari spektrofotometri IR adalah interaksi antara sinar radiasi elektromagnetik dengan materi yang menyebabkan suatu molekul bervibrasi. Pengamatan gugus fungsi pada spektrofotometri IR didapat melalui pita-pita serapannya, dengan nilai satuan gelombang percentimeter (cm^{-1}). Frekuensi

inframerah dinyatakan dalam satu bilangan gelombang pada kisaran $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$ (Pavia, et al., 1990). Spektrometri IR dapat digunakan untuk melihat struktur sampel dengan spektrum standar IR yang ada. Puncak serapan khas untuk tiap ikatan dalam molekul seperti C-H pada $3100\text{-}2900\text{ cm}^{-1}$, C=C pada $1680\text{-}1620\text{ cm}^{-1}$, C=O pada $1630\text{-}1850\text{ cm}^{-1}$, O-H pada $3.650\text{-}3.200\text{ cm}^{-1}$, dan N-H pada $3.500\text{-}3.300\text{ cm}^{-1}$ (McMurry, 1999).

2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan gabungan antara spektrometer dan fotometer dimana spektaninrometer bekerja berdasar prinsip intensitas dan fotometer berdasarkan cahaya. Spektrofotometri Ultra violet merupakan metode identifikasi suatu senyawa dengan menggunakan radiasi sinar UV dekat ($200\text{-}400\text{ nm}$) dan sinar tampak ($400\text{-}780\text{ nm}$) menggunakan instrumen spektrofotometri untuk menentukan struktur secara kualitatif dari senyawa-senyawa yang mengandung gugus kromofor. Pada umumnya, elusidasi struktur menggunakan daerah serapan $200\text{-}400\text{ nm}$. Adsorpsi cahaya tampak dan radiasi ultraviolet meningkatkan energi elektronik untuk transisi suatu molekul. Molekul yang memerlukan banyak energi untuk bertransisi akan menyerap gelombang lebih dekat dan selanjutnya akan berelaksasi ke tingkat energi yang lebih rendah dengan memancarkan foton yang akan teramati oleh detektor (Fessenden & Fessenden, 1986).

Akan tetapi identifikasi senyawa dengan spektrofotometri memiliki sedikit kekurangan yaitu daerah serapan yang terbatas jika dibanding spektrofotometri IR. Hal ini dikarenakan pita serapan yang terlalu lebar dan kurang terperinci. Namun ada beberapa gugus-gugus tertentu seperti karbonil dan nitro yang dapat memberikan puncak spesifik dan karakteristik (Underwood, 1978).

BAB III

METODOLOGI PERCOBAAN

3.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam percobaan ini adalah seperangkat alat *rotatory evaporator* vakum BUCHI, peralatan kromatografi cair vakum (KCV), *chamber*, spektrofotometer UV Shimadzu pada panjang gelombang 200-600 nm, spektrometer FTIR Shimadzu dengan metode pelet KBr pada daerah 4000-400 cm^{-1} , spektrometer NMR ^1H dan ^{13}C NMR JEOL-ECA 500, seperangkat alat gelas pinset, oven, neraca analitik, gelas beker, pengaduk kaca, erlemeyer, pipet tetes, botol vial, oven, labu bundar, pipa kapiler, dan seperangkat alat ukur titik leleh (*micro-melting poin apparatus Fischer John*).

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan ini antara lain bagian tumbuhan dari *G. tetrandra* Pierre, *n*-heksana, diklorometana (CH_2Cl_2), etil asetat (EtOAc), aseton ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}$), metanol (MeOH), kloroform (CHCl_3), silika gel 60 G Merck untuk kromatografi kolom, silika gel GF₂₅₄ Merck 60 F₂₅₄ 0,25 mm ukuran 20x20 cm dengan aluminiuim sebagai penyangga fasa diam, larutan penampak noda 1,5% serium sulfat ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$) dalam H_2SO_4 2N, kapas, kertas saring, alumunium foil, plastic wrap, reagen geser UV antara lain NaOH, AlCl_3 , dan HCl, KBr untuk uji IR, dan pelarut CHCl_3 untuk uji NMR.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Ekstraksi dan Isolasi

Kulit Batang *G. tetrandra* Pierre diperoleh dari Taman Nasional Meru Betiri Jember, Jawa Timur. Fraksi E₅ berasal dari ekstrak diklorometana sampel kulit batang *G. tetrandra* Pierre dari

penelitian sebelumnya (Wulandari, 2017) yang telah di KCV menggunakan beberapa jenis eluen seperti pada Tabel 3.1.

Fraksi E₅ tersebut difraksinasi lanjutan menggunakan KCV dengan eluen *n*-heksana 100%, EtOAc : *n*-heksana (5%, 7%, 10%, 15%, 30%, 50%, dan 75%). Vial yang diperoleh dilakukan KLT dan dikelompokkan berdasarkan R_f yang sama. Fraksi-fraksi yang masih berupa larutan dipekatkan dengan *rotatory evaporator* dan didapatlah 8 fraksi gabungan yaitu E_{5/1} – E_{5/8}. Padatan E_{5/5/3} didapatkan dari fraksi E_{5/5} namun masih mengandung lapisan minyak sehingga dilakukan proses pemurnian lanjutan menggunakan sephadex untuk memisahkan antara sampel dan minyak. Sub fraksi yang didapatkan dimonitoring menggunakan KLT dengan eluen EtOAc : *n*-heksana 25% dan dilakukan penggabungan vial berdasarkan noda KLT dengan R_f yang sama. Padatan yang diperoleh dari sub fraksi E_{5/5/3/3} diambil sedikit dan diuji kelarutannya menggunakan enam macam pelarut yaitu aseton, metanol, etil asetat, kloroform, diklorometana, dan *n*-heksana. Kemudian kristal tersebut diambil dan dicuci dengan pelarut *n*-heksana serta diuji dengan tiga eluen (EtOAc : *n*-heksana 10%, MeOH : CH₂Cl₂ 1%, dan EtOAc : CH₂Cl₂ 10%) menggunakan KLT.

Selanjutnya padatan E_{5/5/3/3} di rekristalisasi dengan cara melarutkan padatan tersebut dalam sesedikit mungkin pelarut diklorometana dengan bantuan pemanasan pada suhu 60°C, dan ditambahkan pelarut *n*-heksana hingga larutan menjadi keruh dan jenuh, selanjutnya larutan tersebut didinginkan dalam lemari pendingin hingga terbentuk padatan kembali. padatan yang terbentuk kemudian disaring dan diuji kemurniannya menggunakan tiga eluen yang sama seperti sebelumnya dan diuji titik leleh menggunakan alat pengukur titik leleh Fisher John. Selanjutnya padatan yang diperoleh disebut senyawa **1** dan dilakukan penentuan struktur dengan menggunakan

spektrofotometri UV-Vis, Inframerah (IR), ^1H -NMR, dan ^{13}C -NMR.

Tabel 3.1 Proses Elusi Kromatografi Cair Vakum Pertama (Wulandari, 2017)

Elusi ke-	Eluen yang digunakan	keterangan	Silika Impegnasi yang dielusi
1	<i>n</i> -heksana 100%	6 x 300 mL	M ₁
	<i>n</i> -heksana 100%	6 x 300 mL	M ₂
	<i>n</i> -heksana 100%	6 x 300 mL	M ₃
2	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 10%	6 x 300 mL	M ₁
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 10%	6 x 300 mL	M ₂
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 10%	6 x 300 mL	M ₃
3	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 25%	6 x 300 mL	M ₁
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 25%	6 x 300 mL	M ₂
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 25%	6 x 300 mL	M ₃
4	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 60%	6 x 300 mL	M ₁
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 60%	6 x 300 mL	M ₂
	CH ₂ Cl ₂ : <i>n</i> -heksana 60%	6 x 300 mL	M ₃
5	EtOAc : <i>n</i> -heksana 15%	6 x 300 mL	M ₁
	EtOAc : <i>n</i> -heksana 15%	6 x 300 mL	M ₂
	EtOAc : <i>n</i> -heksana 15%	6 x 300 mL	M ₃
6	EtOAc : <i>n</i> -heksana 35%	6 x 300 mL	M ₁
	EtOAc : <i>n</i> -heksana 35%	6 x 300 mL	M ₂
	EtOAc : <i>n</i> -heksana 35%	6 x 300 mL	M ₃
7	EtOAc 100%	6 x 300 mL	M ₁
	EtOAc 100%	6 x 300 mL	M ₂
	EtOAc 100%	6 x 300 mL	M ₃
8	MeOH 100%	3 x 300 mL	M ₁
	MeOH 100%	3 x 300 mL	M ₂
	MeOH 100%	3 x 300 mL	M ₃

3.3.2. Penentuan Struktur Senyawa

Analisis spektrofotometri UV-Vis dilakukan dengan melarutkan senyawa 1 ke dalam metanol p.a dan memasukkannya ke dalam kuvet sebagai sampel yang akan diamati. Blanko yang digunakan adalah metanol p.a. Absorbansi blanko dan sampel diukur pada panjang gelombang 200-600 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis 1700 Shimadzu. Sampel kemudian ditambahkan 3 tetes larutan NaOH 2N dan diukur absorbansinya dengan range panjang gelombang yang sama. Selain itu, sampel yang sama pada kuvet yang berbeda lainnya ditambahkan 6 tetes larutan AlCl₃ 5% dan diukur absorbansinya. Kemudian tambahkan kedalam sampel yang telah mengandung AlCl₃ tersebut dengan 3 tetes HCl 50% kemudian dihitung absorbansinya kembali.

Analisis spektrofotometri IR dilakukan dengan menggerus senyawa 1 bersama serbuk KBr di dalam mortar menggunakan alu. Setelah sampel homogen, campuran dibentuk pellet dengan menggunakan alat pres hingga ketebalan pellet sekitar ± 1 mm. kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR-8400 Shimadzu pada bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹.

Analisis spektrofotometri NMR dilakukan dengan mengambil 10 mg senyawa 1 dan melarutkannya dengan pelarut kloroform bebas proton (CDCl₃). Kemudian larutan sampel diinjeksikan ke dalam tabung injeksi dan dianalisis menggunakan spektrofotometer NMR Agilent DD2 600 MHz untuk menentukan ¹H-NMR dan ¹³C-NMR.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

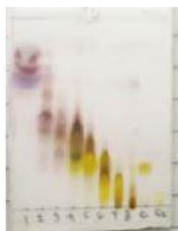
4.1 Isolasi dan Pemurnian Senyawa

Ekstrak kulit batang *G. terandra* Pierre dari penelitian sebelumnya (Wulandari, 2017) dilarutkan dan dilakukan impregnasi. Hasil impregnasi dikemudian dipisahkan atau di fraksinasi menggunakan KCV (Tabel 3.1). Proses ini dipilih karena jumlah ekstrak yang banyak, tidak membutuhkan waktu yang lama, dan pemisahannya terjadi pada kondisi vakum. Fraksi yang diperoleh dari KCV pertama sebanyak 18 vial fraksi *n*-heksana, 18 vial fraksi diklorometana : *n*-heksana 10%, 18 vial fraksi diklorometana : *n*-heksana 25%, 18 vial fraksi diklorometana : *n*-heksana 60%, 18 vial fraksi etil asetat : *n*-heksana 15%, 18 vial fraksi etil asetat : *n*-heksana 35%, 18 vial fraksi etil asetat 100%, dan 9 vial fraksi metanol. Vial-vial yang didapat tersebut dilaukan monitoring dengan KLT untuk mengetahui distribusi senyawa yang ada pada setiap vial dan dilihat Rf noda hasil KLT nya. Vial yang memiliki kesamaan Rf kemudian digabung dan didapatkan 8 fraksi gabungan yaitu fraksi E₁-E₈. Fraksi gabungan E₁-E₈ di KLT seperti pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil Kromatogram fraksi gabungan dari KCV pertama dengan eluen etil asetat : *n*-heksana20%

Berdasarkan hasil KLT diatas, E_5 diketahui memiliki potensi pemurnian yang baik. Oleh karena itu, E_5 selanjutnya dilakukan pemisahan menggunakan KCV dengan eluen *n*-heksana: etil asetat (5%-75%) dan diperoleh 8 fraksi gabungan yaitu $E_{5/1}$ - $E_{5/8}$. Hasil KLT gabungan bisa dilihat pada Gambar 4.2 dengan eluen etil asetat : *n*-heksana 15%. Eluen ini dipilih karena dapat memisahkan 8 fraksi gabungan dengan cukup baik didasarkan pada uji pendahuluan pemilihan eluen sebelum dilakukan KCV.



Gambar 4.2 Hasil kromatogram fraksi gabungan $E_{5/1}$ - $E_{5/8}$ dengan eluen etil asetat : *n*-heksana (15%)

Berdasarkan hasil monitoring menggunakan KLT, fraksi $E_{5/5}$ (5,686 g) difraksinasi kembali menggunakan kromatografi kolom sephadex dan dilakukan penggabungan berdasarkan R_f yang sama sehingga didapatkan 8 fraksi gabungan yaitu $E_{5/5/1}$ – $E_{5/5/8}$. Pada fraksi $E_{5/5/3}$ (1,7008 g) terbentuk endapan padat dengan lapisan minyak, saat di KLT menunjukkan nota tunggal, namun tidak dapat mengkristal ketika dikristalisasi. Sehingga fraksi $E_{5/5/3}$ difraksinasi kembali menggunakan kromatografi kolom sephadex dan didapatkan 3 fraksi gabungan yaitu $E_{5/5/3/1}$ - $E_{5/5/3/3}$. Endapan yang diperoleh dari fraksi $E_{5/5/3/3}$ (1,3808 g) diuji kelarutannya menggunakan enam macam pelarut yaitu aseton, metanol, etil asetat, kloroform, diklorometana, dan *n*-heksana. Uji kelarutan ini berfungsi sebagai referensi dalam penentuan eluen untuk

rekristalisasi dan analisis penentuan struktur senyawa. Diketahui bahwa padatan $E_{5/5/3}$ larut disemua pelarut kecuali *n*-heksana.

4.2 Uji Kemurnian Senyawa

Berdasarkan uji kemurnian menggunakan KLT dengan eluen etil asetat : *n*-heksana (25%) menunjukkan bahwa padatan $E_{5/5/3}$ belum murni karena masih terdapat bayangan noda yang mengekor (Gambar 4.3a). Oleh karena itu selanjutnya padatan $E_{5/5/3}$ di rekristalisasi menggunakan sesedikit mungkin pelarut etil asetat dan penambahan *n*-heksana hingga jenuh. Penambahan etil asetat dengan bantuan pemanasan berguna untuk melarutkan padatan secara sempurna. Sedangkan penambahan *n*-heksanahingga jenuh dan dibantu pendinginan berguna untuk mempercepat proses rekristalisasi. *n*-heksana tidak melarutkan padatan $E_{5/5/3}$ pada suhu ruang sehingga bisa didapatkan padatan murni, hal ini merupakan prinsip kristalisasi. Padatan $E_{5/5/3}$ selanjutnya disebut Senyawa **1**.

Hasil rekristalisasi yang terbentuk berwarna kuning muda diuji kemurniannya menggunakan KLT dengan eluen yang sama dan didapatkan noda tunggal (Gambar 4.3b). Untuk memastikan senyawa memang sudah murni, maka dilakukan uji KLT menggunakan tiga eluen yang berbeda dan uji KLT 2D dengan cara yang sama dan diperoleh noda tunggal yang mengindikasikan padatan tersebut telah murni (Gambar 4.4 dan Gambar 4.5). Selanjutnya senyawa **1** (616,8 mg) dilakukan pengujian titik leleh dengan alat Fisher John dan didapatkan titik leleh dari Senyawa **1** adalah 152-153 °C. Senyawa dikatakan murni ketika rentang suhu awal mulai meleleh hingga meleleh semua adalah ± 1 °C. Sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa **1** telah murni.



(a)



(b)

Gambar 4.3 Hasil kromatogram padatan E5/5/3/3 (a) sebelum rekristalisasi (b) setelah reristalisasi dengan eluen etil asetat : *n*-heksana (25%)



(a)

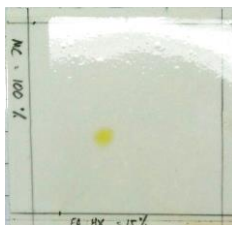


(b)



(c)

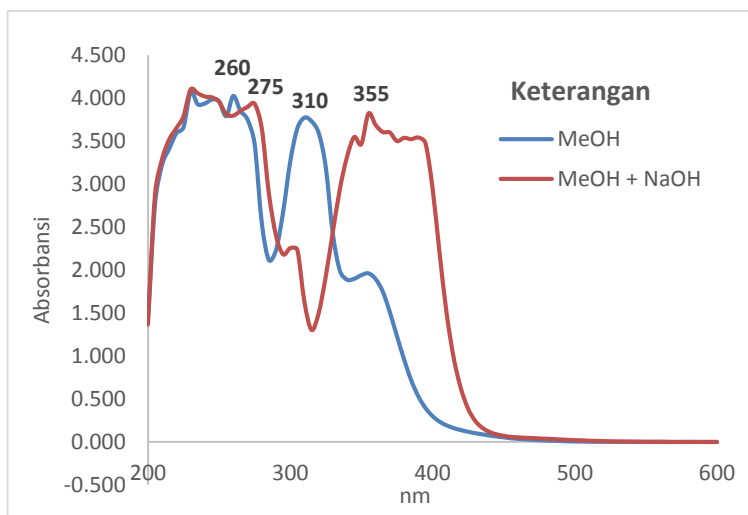
Gambar 4.4 Hasil kromatogram tiga eluen padatan E5/5/3/3 dengan eluen (a) etil asetat : *n*-heksana (10%), (b) metanol : diklorometana (1%), dan (c) etil asetat : diklorometana (10%)



Gambar 4.5 Hasil Kromatogram 2D padatan E5/5/3/3 menggunakan eluen dikloro metana 100% dan etil asetat : *n*-heksana (15%)

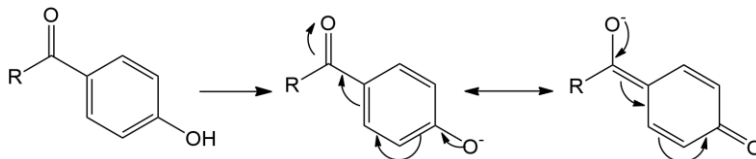
4.2 Identifikasi Struktur Senyawa 1

Berdasarkan hasil analisis spektrofotometer UV dari senyawa **1** yang dilarutkan dalam pelarut metanol (MeOH), didapatkan dua puncak serapan yaitu pada panjang gelombang (λ , nm) 260 dan 310 (Gambar 4.5). Pada puncak serapan (λ_{maks}) 260 nm diketahui terdapat transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ yang menunjukkan adanya ikatan rangkap terkonjugasi ($-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}-$) dari suatu cincin aromatik. Sedangkan pada panjang gelombang 310 nm menunjukkan adanya transisi elektron dari $n \rightarrow \pi^*$ yang mengindikasikan terdapat sistem konjugasi heteroatom dengan ikatan rangkap ($-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$) (Nilar & Harrison L.J., 2005). Berdasarkan data tersebut, dapat dihipotesiskan bahwa senyawa **1** mengandung sistem aromatik tersubstitusi keton. Untuk mengetahui apakah terdapat gugus tersubstitusi pada posisi orto dan para, maka dilakukan pengujian lanjutan menggunakan reagen geser UV.

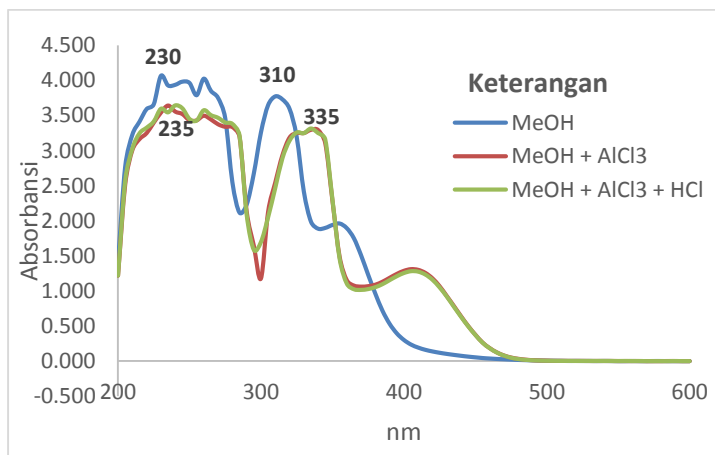


Gambar 4.6 Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH 2N

Ketika sampel (senyawa **1**) ditambahkan reagen geser berupa NaOH, terjadi pergeseran batokromik dari puncak serapan (λ_{maks}) 260 nm menjadi 275 nm dan dari puncak serapan (λ_{maks}) 310 nm menjadi 355 nm (Gambar 4.5). Hal ini menunjukkan adanya gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi para diakibatkan oleh kesetimbangan keto-enol (Gambar 4.6).



Gambar 4.7 Kesetimbangan keto-enol pada gugus hidroksi dan karbonil pada posisi para akibat penambahan basa NaOH (Ito C., et al., 1997)



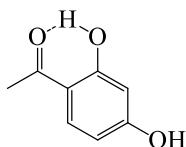
Gambar 4.8 Spektrum UV senyawa **1** dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl₃ dan HCl

Kemudian ketika sampel (senyawa **1**) diberi tambahan reagen geser berupa AlCl₃ yang mana hasilnya dapat dilihat pada Gambar

4.7, menunjukkan adanya pergeseran batokromik yaitu dari puncak serapan (λ_{maks}) 230 nm menjadi 235 nm serta dari puncak serapan (λ_{maks}) 310 nm menjadi 335 nm. Adanya pergeseran batokromik ini mengindikasikan bahwa senyawa **1** mengandung sistem orto hidroksi dengan karbonil atau dengan kata lain terdapat gugus hidroksi (-OH) yang terkhelat dengan gugus karbonil (C=O). Menurut Nedialkov dan Kitakov (2002), pergeseran panjang gelombang batrokromik ini dapat terjadi karena pembentukan kompleks yang stabil antara ion Al dengan gugus-gugus senyawa **1** pada posisi orto.

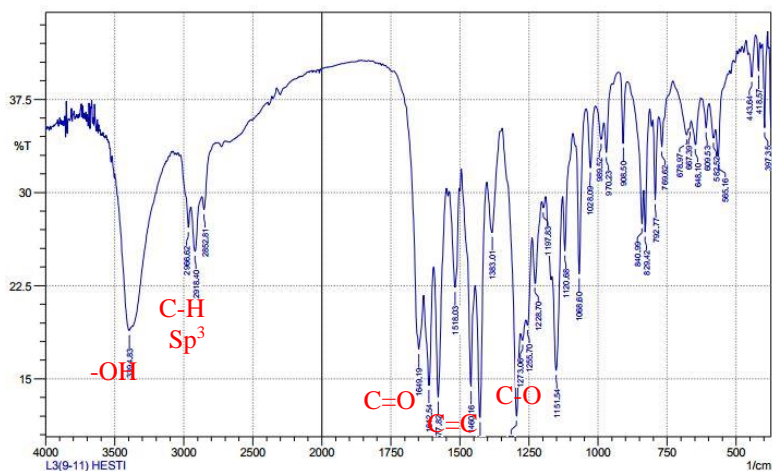
Sedangkan saat penambahan reagen geser HCl, dapat dilihat pada Gambar 4.7 tidak terjadi pergeseran batokromik. Penambahan reagen geser HCl ini berfungsi untuk memutus ikatan kompleks antara ion Al dengan gugus hidroksi pada posisi orto, sehingga apabila hasil bernilai positif, harusnya akan terjadi pergeseran hipsokromik, yaitu pergeseran menuju panjang gelombang yang lebih kecil. Namun, pada senyawa **1** hasil bernilai negatif. Hal ini menunjukkan bahwa pada senyawa **1** terdapat gugus hidroksi terkhelat dengan karbonil pada kondisi yang cukup stabil.

Sehingga berdasarkan data analisis spektrofotometer UV diatas, dapat dihipotesiskan bahwa senyawa **1** memiliki gugus hidroksi pada posisi para, dan terdapat gugus hidroksi terkhelat dengan gugus karbonil pada posisi orto. Sehingga Hipotesis I untuk struktur dari senyawa **1** berdasarkan data spektrofotometer UV adalah sebagai berikut.



Untuk memperkuat hipotesis yang sudah didapatkan melalui data spektrofotometer UV, maka dilakukan identifikasi lanjutan menggunakan spektrofotometer IR.

Berdasarkan data spektrum IR pada Gambar 4.9 diketahui pada senyawa **1** terdapat ikatan rangkap karbon sp^2 cincin aromatik ($C=C$) pada bilangan gelombang 1577, 1518, 1460, 1427, yang mana data ini mendukung λ_{\max} 260 nm dari spektrofotometer UV yang menyatakan bahwa pada senyawa **1** terdapat ikatan rangkap terkonjugasi ($-C=C-C=C-$) dari suatu cincin aromatik yang ditimbulkan oleh transisi elektron dari $\pi \rightarrow \pi^*$.

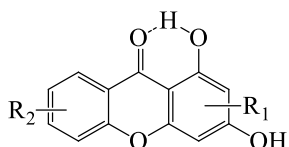


Gambar 4.9 Spektrum IR senyawa **1** dengan pelet KBr

Kemudian pada bilangan gelombang 1612 cm^{-1} mengindikasikan bahwa senyawa **1** mengandung gugus karbonil ($C=O$) terkhelat dengan gugus hidroksi, yang diperkuat dengan ciri khusus gugus hidroksi terkhelat pada bilangan gelombang 3394 cm^{-1} , dua bilangan gelombang ini merupakan ciri khas dari turunan senyawa santon (Jung, et al., 2006). Data ini sesuai dengan λ_{\max} 310 nm yang mengindikasikan adanya sistem konjugasi heteroatom

dengan ikatan rangkap ($-C=C-C=O$) akibat transisi elektron dari $n \rightarrow \pi^*$. Selain itu pada 1296 cm^{-1} muncul puncak khas dari gugus eter (C-O)

Sehingga berdasarkan data spektrofotometer IR dan UV tersebut, didapatkan hipotesis senyawa **1** memiliki kerangka senyawa santon yang mengandung gugus hidroksi pada posisi para dan terdapat gugus hidroksi terkkelat dengan gugus karbonil pada posisi orto sehingga hipotesis II dari struktur senyawa **1** berdasarkan data spektrofotometer UV dan IR menjadi sebagai berikut.



R yang mungkin menjadi substituen diantaranya adalah metoksi ($-OMe$), ($-OH$), dan ($-geranil$). Posisi melekatnya substituen ditentukan berdasarkan data NMR.

Kemudian untuk memperkuat hipotesis yang ada, dilakukan analisa lanjutan menggunakan spektrofotometer NMR. Data pergeseran kimia spektrum 1H -NMR dan ^{13}C -NMR (Tabel 4.1) menunjukkan adanya sinyal singlet *downfield* dengan pergeseran kima proton (δ_H , ppm) 13,41 (1H, s) dan pergeseran kima karbon (δ_C , ppm) 182,36 (Silva, A. M. S, 2005). Data ini menegaskan keberadaan gugus hidroksi terkkelat gugus karbonil pada hipotesis sebelumnya.

Selain itu terdapat dua proton aromatik pada δ_H (ppm) 6,24 (1H, s) dan δ_H 6,86 (1H, s) dan dua belas karbon aromatik pada δ_C (ppm) 161,66; 98,57; 161,29; 104,07; 153,87; 154,65; 101,63; 155,88; 142,78; 135,76; 112,11; 104,26; 182,36; data ini memperkuat hipotesis sebelumnya bahwa senyawa **1** tersusun atas kerangka dasar santon yang terdiri atas dua belas karbon aromatik

dan delapan proton aromatik, karena pada senyawa **1** hanya terdapat dua proton aromatik, maka dapat dihipotesiskan enam proton aromatik telah tersubstitusi dengan substituen yang lain.

Tabel 4.1 Perbandingan δ_H $^1\text{H-NMR}$ dan δ_C $^{13}\text{C-NMR}$ dalam CDCl_3 antara senyawa Mangostanasanton I (Mohamed, et al., 2014) dan senyawa **1**

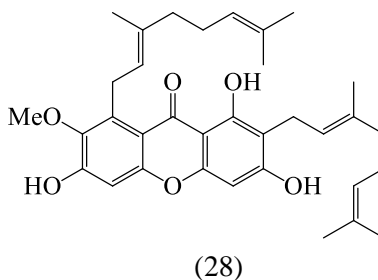
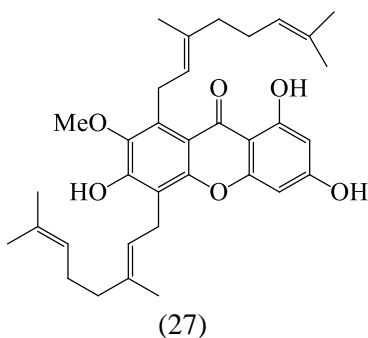
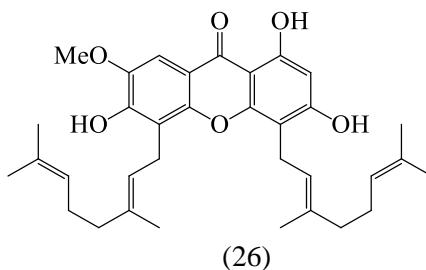
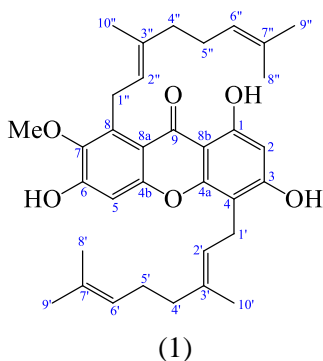
Posisi	δ_H Mangostanasanton I	δ_H Senyawa 1 (nm)	δ_C Mangostanasanton I	δ_C Senyawa 1 (nm)
1	-	-	161,7	161,66
2	6,24 s	6,24 (1H, s)	98,5	98,57
3	-	-	161,2	161,29
4	-	-	104,1	104,07
4a	-	-	153,7	153,87
4b	-	-	154,5	154,65
5	6,87 s	6,86 (1H, s)	101,5	101,63
6	-	-	155,8	155,88
7	-	-	142,7	142,78
8	-	-	135,7	135,76
8a	-	-	112,0	112,11
8b	-	-	104,1	104,26
9	-	-	182,1	182,36
1'	3,53 d (6,9)	3,49 (2H, d, $J = 7,2$ Hz)	21,6	21,68
2'	5,26 brt (6,9)	5,26 (1H, t, $J = 8$ Hz)	121,0	121,54
3'	-	-	138,9	138,68
4'	2,10 m	2,08 (2H, m)	38,8	26,62
5'	2,01 m	1,84 (2H, m)	26,3	25,72

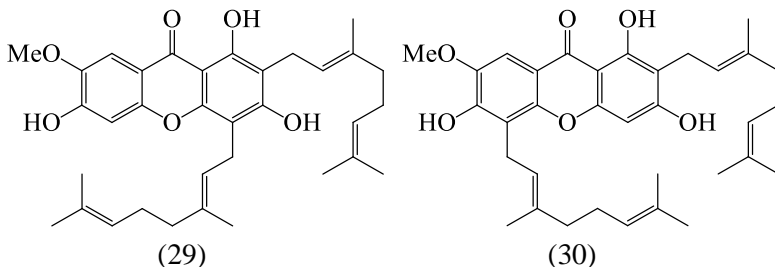
6'	5,02 brt (6,9)	4,99 (1H, t, J = 12 Hz)	124,3	124,34
7'	-	-	130,4	131,39
8'	1,60 brs	1,63 (3H, s)	26,3	21,73
9'	1,54 brs	1,56 (3H, s)	17,6	17,79
10'	1,86 brs	1,73 (3H, s)	16,3	16,38
1"	4,10 d (7,0)	4,08 (2H, d, J = 6 Hz)	26,5	26,46
2"	5,26 brt (6,9)	5,26 (1H, t, J = 8 Hz)	121,3	121,37
3"	-	-	138,4	137,20
4"	2,05 m	2,04 (2H, m)	39,7	39,78
5"	2,03 m	2,00 (2H, m)	25,6	25,92
6"	5,04 brt (7)	5,08 (1H, t, J = 6 Hz)	123,7	123,16
7"	-	-	132,0	132,10
8"	1,67 brs	1,69 (3H, s)	26,4	18,33
9"	1,57 brs	1,53 (3H, s)	17,7	17,75
10"	1,82 brs	1,59 (3H, s)	16,5	16,58
7-OMe	3,80 s	3,80 (3H, s)	62,0	62,19
1-OH	13,80 s	13,41 (1H, s)	-	-
3-OH	-	6,44 (1H, s)	-	-
6-OH	-	6,24 (1H, s)	-	-

Salah satu substituen tersebut adalah gugus metoksi yang mana diketahui dari δ_H 3,80 ppm (3H, s) dan δ_C 62,19 ppm yang merupakan ciri khas dari pergeseran kimia gugus metoksi. Selain

itu, substituen yang memungkinkan lainnya adalah gugus geranil. Hal ini diketahui dari data pergeseran kimia $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ yang memunculkan 6 proton singlet, empat proton metilen, dan empat proton metin seperti pada Tabel 4.1.

Satu gugus geranil terdiri atas tiga proton singlet, dua proton metilen, dan dua proton metin. Maka dapat dihipotesiskan bahwa senyawa **1** mengikat dua gugus geranil karena proton singlet, proton metilen, dan proton metin nya berjumlah dua kali lipat. Apabila satu gugus geranil terikat pada senyawa santon, lazimnya gugus geranil tersebut terikat pada C-8. Namun apabila terdapat dua gugus geranil terikat, maka akan menghasilkan banyak kemungkinan yaitu geranil dapat terikat pada C-4 dan C-8 (**1**), C-4 dan C-5 (**26**), C-5 dan 8 (**27**), C-2 dan C-8 (**28**), C-2 dan C-4 (**29**), atau C-2 dan C-5 (**30**).



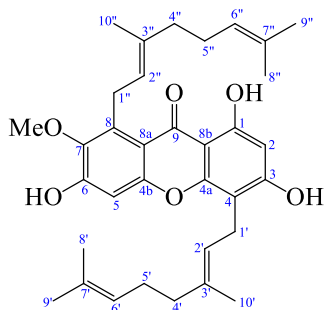


Berdasar perbandingan data $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ tersebut diketahui gugus metoksi (-OMe) terikat pada C-7 sehingga C-7 tidak masuk dalam kemungkinan terikatnya gugus geranil. Apabila geranil tersubstitusi pada C tertentu, tidak akan ada proton yang terdeteksi pada spektrum $^1\text{H-NMR}$. Setelah dilakukan perbandingan data $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ dari senyawa **1** dan senyawa Mangostanasanton I (Mohamed, et al., 2014), diketahui C-2 dan C-5 memberikan pergeseran kimia proton (δ_{H}) pada 6,24 6,86 ppm (3H, s) dengan kata lain pada C-2 dan C-5 tidak ada substituen terikat yang menggantikan hidrogen. Sehingga kemungkinan besar, geranil akan terikat pada C-4 dan C-8.

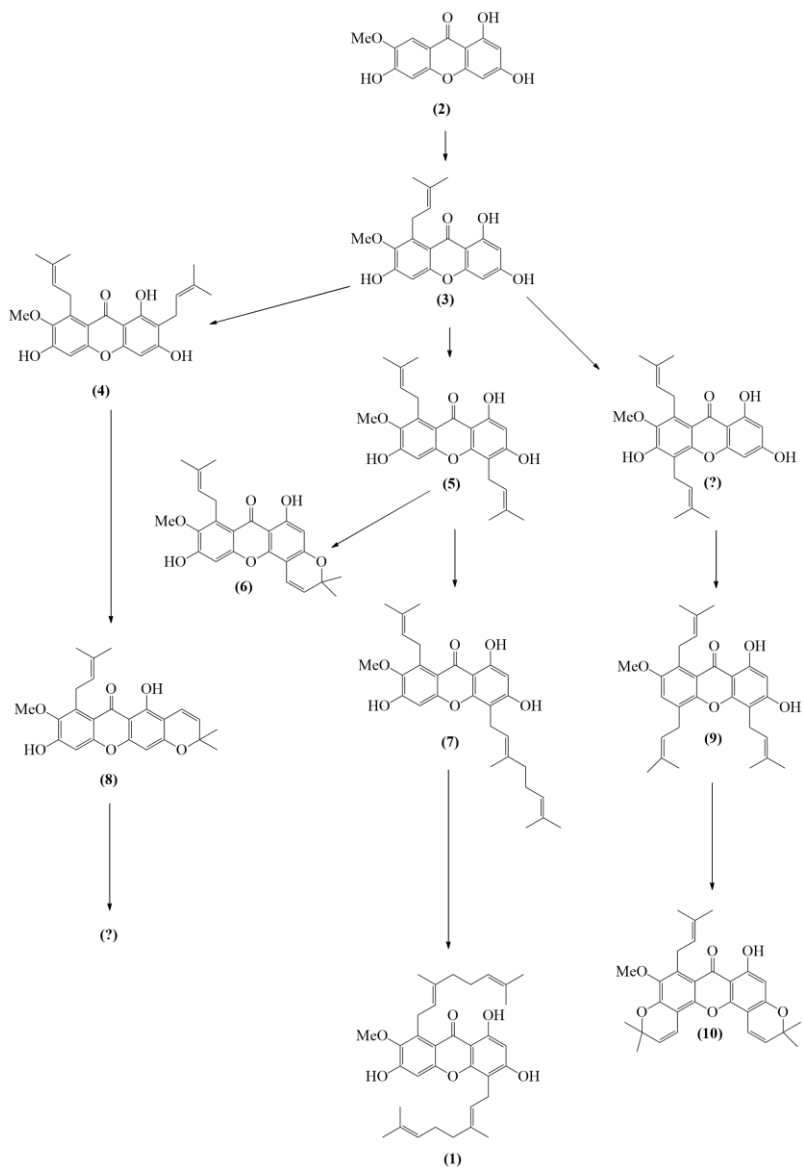
Pada C-4 dan C-8, sesuai prediksi tidak ditemukan pergeseran kimia proton (δ_{H}) dan pergeseran kimia karbonnya (δ_{C}) adalah 104,07 ppm dan 135,76 ppm. Data pergeseran proton dan karbon tersebut mendukung dugaan bahwa terdapat suatu substituen yang terikat pada C-4 dan C-8. Maka dapat dihipotesiskan bahwa gugus geranil pada senyawa **1** terikat pada C-4 dan C-8.

Maka dengan menggabungkan data yang didapatkan dari spektrofotometer UV, IR, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ dan senyawa Mangostanasanton I (Mohamed, et al., 2014), diketahui bahwa senyawa **1** merupakan suatu senyawa turunan santon yang tersubstitusi oleh tiga gugus hidroksi, satu gugus metoksi, dan dua gugus geranil. Sehingga diketahui senyawa **1** yang diisolasi dari fraksi E₅ ekstrak diklorometana kulit batang *G. tetrandra* Pierre

merupakan mangostanasanton I yang memiliki struktur sebagai berikut.



Senyawa **1** perlu dilakukan identifikasi NMR 2D lebih lanjut untuk memastikan letak geranil yang tersubstitusi karena masih terdapat sedikit perbedaan data NMR karbon pada posisi C-4', C-5', C-8', dan C-8''. Setelah didapatkan struktur Senyawa **1**, dilakukan pemetaan jalur biogenesis baru dengan memasukkan struktur dari senyawa **1** (**1**) pada jalur yang sesuai. Usulan jalur biogenesis yang baru dapat dilihat pada Gambar 4.10 parvifolisanton (**7**) merupakan senyawa santon yang ditemukan pada bagian kulit batang *G.tetrandra* Pierre (Wahjuni, 2008). Berdasarkan usulan jalur biogenesis baru dari senyawa santon pada *G. tetrandra* Pierre ini diketahui bahwa senyawa **1** terbentuk dari senyawa parvifolisanton yang mengikat satu gugus prenil pada posisi 5'' dan membentuk substituen geranil.



Gambar 4.10 Usulan jalur biogenesis baru senyawa santon pada *G. tetrandra* Pierre

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diketahui bahwa senyawa **1** berdasarkan data yang ada adalah mangostanasanton I. Senyawa ini diisolasi dari ekstrak diklorometana kulit batang *G. tetrandra* Pierre. Hasil ini dapat melengkapi usulan peta biogenesis santon dari *G. tetrandra* Pierre dan memperkaya afinitas kimia dari tumbuhan ini.

5.2 Saran

Dari hasil penelitian ini perlu dilakukan identifikasi lebih lanjut menggunakan NMR 2D supaya dapat disarankan jalur biogenesis seperti pada Gambar 4.10. Selain itu, baru satu senyawa yang ditemukan untuk melengkapi jalur biogenesis, penelitian terkait *G. tetranda* Pierre masih memiliki peluang untuk dilanjutkan.

”Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, S. E. Y., 2005. *α -mangostin dan 3-isomangostin dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (*Garinia tetrandra* Pierre)*, Surabaya: ITS.
- Betiri, B. T. N. M., 2002. *Laporan Identifikasi dan Inventarisasi Tanaman Obat di Tanaman Meru Betiri*, Jember: Departemen Kehutanan Direktorat Jendral Perlindungan Hutan dan Konservasi Alam Taman Nasional Maru Betiri.
- Capiello, A., 2007. Advance in LC-MS Instrumentation. *Journal of Chromatography Library*, Volume 72, pp. 1-52.
- Carey, F., 2000. *Organic Chemistry*. 4th penyunt. USA: The McGraw-Hill Companies.
- Ersam, T., 2001. *Senyawa Kimia Mikromolekul Beberapa Tumbuhan Artocarpus Hutan Tropika Sumatera Barat*, Bandung: s.n.
- Ersam, T., 2005. *Pemberdayaan Keanekaragaman Hayati Hutan Tropika: Fenolat Terprenilasi dari Artocarpus dan Garcinia (Nangka dan Manggis)*. Surabaya, Universitas Negeri Surabaya, pp. 22-23.
- Fessenden & Fessenden, 1986. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Gottlieb, O. R. et al., 1968. The Chemistry of Brazillian Guttiferae-XII: Isopentenylated Xanthenes from *Kielmeyera* and *Calophyllum spesies*. *Tetrahedron*, Volume 24, pp. 1601-1610.
- Harbone, J. B., 1987. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Bandung: ITB Press.
- Harbone, J. B., 1987. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan, terbitan kedua terjemahan Kokasih Padmawinata dan Iwan Soediro*. Bandung: ITB Press.

- Hartati, S., Kardono, L. & Hanafi, M., 2002. *Bioactivity Cambogin and Camboginol (poly-isoprenyl benzophenones) from G. tetrandra* Pierre. Yogyakarta, s.n.
- Hartati, S., Kosela, S., Hanafi, M. & Leonardus, L., 2000. Isolation and Elucidation Structure of Coumpounds of Stem Bark of *G. tetrandra* Pierre. *J. Applied Chem*, 10(1), pp. 344-349.
- Hartati, S., Kosela, S., Kardono, L. & Sim, K., 2001. *Chemical Constituents of Stem Bark of G. tetrandra* Pierre. Depok, UNESCO, Universitas Indonesia, pp. 344-349.
- Hart, H., 2003. *Organic Chemistry A Short Course*. 6th penyunt. Boston: Houghton Mifflin Company.
- Heyne, K., 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia*. Jakarta: Yayasan Sarana Wana Jaya.
- Hismiati, B., Swasmi, P. & Endah, P., 2011. *Perbandingan Metode Maserasi, remaserasi, Perkolasi, Reperkolasi dalam Pembuatan Ekstrak Pegagan*. Serpong, Pusat Teknologi Farmasi dan Medika (BPPT).
- Ito C., Miyamoto Y & Kawai M. D, 1997. A novel depsidone and some new xanthenes from *Garcinia species*. *Chem.Pharm.Bull*, Volume 45, pp. 1403-1413.
- Ito, C., Miyamoto, Y. & Kawai, M. D., 1997. A Novel Depsidone and Some New Xanthone From *Garcinia Species*. *Chem.Pharm.Bull*, Volume 45, pp. 1403-1413.
- Jouda, J.-B.et al., 2014. Penialidins A–C with strong antibacterial activities from *Penicillium sp.*, an endophytic fungus harboring leaves of *Garcinia nobilis*. *Fitoterapia*, pp. 209-214.
- Jung, H. et al., 2006. Antioxidant Xanthenes from the Pericarp of *Garcinia mangostana* (Mangosteen). *J. Agric. Food Chem*, Volume 54, pp. 2077-2082.
- Knepper, T. P & Eichhorn, P, 2001. Electrospray ionization mass spectrometric studies on the amphoteric surfactant

- cocamidopropylbetaine. *J. Mass Spectroscopy*, Volume 36, pp. 677-684.
- Kosela, 1999. *Penggalian Sumber Bahan Baku Obat dari Tumbuhan*. Jakarta, Universitas Indonesia.
- Kosela, S., Rachmalia, T. & Hanafi, M., 2000. Dilxhantones F-H, Three New Pyranoxhantones from *Garcinia dulcis*. *J. Nat. Prod*, Volume 63, pp. 2351-2355.
- Lenny, S., 2006. *Karya Tulis Ilmiah Senyawa Terpenoid dan Steroid*. Medan: Kimia USU.
- Maulina, D. & Ersam, T., 2006. *Santon Diprenilasi dan Triprenilasi dari Fraksi Kloroform Kulit Batang G. tetrandra* Pierre. Surabaya, Unesa, pp. 162-171.
- McMurry, J., 1999. *Organic Chemistry*. USA: Brooks/Cole.
- Meilani, A., 2006. *Santon Terprenilasi dan Tersiklisisasi Baru Fraksi Non-polar dari Ekstrak n-heksan pada Akar G. tetrandra* Pierre, Surabaya: ITS.
- Merza, J. et al., 2004. Prenylated Xanthonenes and Tocotrienols from *Garcinia virgata*. *Phytochemistry*, Volume 65, pp. 2915-2920.
- Mohamed, G. A., Ibrahim, S. R., Shaaban, M. I. & Ross, S. A., 2014. Mangostanaxanthonenes I and II, new xanthonenes from the pericarp of *Garcinia mangostana*. *Fitoterapia*, Volume 98, pp. 215-221.
- Mulja, M. & Suharman, 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Nedialkov P. T. & Kitakov G. M., 2002. Two Benzophenone O-Arabinosides and A Chromone from *Hypericum annulatum*. *Phytochemistry*, Volume 59, pp. 867-887.
- Nguyen, L., Hau, T., Pham, H. D. & Conolly, J. D., 2002. Xanthonenes from The Bark of *Garcinia Merguensis*. *Phytochemistry*, Volume 63, pp. 467-470.

- Nilar & Harrison L.J., 2005. Xanthoness and Benzophenones from *Garcinia griffithii* and *Garcinia mangostana*. *Phytochemistry*, Volume 66, pp. 1718-1723.
- Niu, S. et al., 2012. Xanthone From The Stem Bark Of *Garcinia Bracteata* With Growth Inhibitory Effect Against HL-60 Cells. *Phytochemistry*, Volume 77, pp. 280-286.
- Oxtoby & David, W., 2008. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Pavia, D. L, Lampman, G. M & Kris, G. S, 2001. *Introduction to Spectroscopy*. 3 ed. United States of America: Thomson Learning.
- Pavia, D., Lampman, G. & Knitz, G., 1990. *Introduction to Organic Laboratory Techniques A Contemporary*. 2nd penyunt. New York: Sainders.
- Peres, V. & Nagem, T. J., 1997. Trioxigenated Naturally Occuring Xanthoness. *Phytochemistry*, Volume 44, pp. 191-214.
- Peres, V., Nagem, T. & Oliveira, F., 2000. Tetraoxygenated Naturally Occuring Xanthoness. *Phytochemistry*, Volume 64, pp. 976-979.
- Pine, D. L, Lampman, G. M & Kriz, G. S, 1988. *Kimia Organik I, Terjemahan Roehyati Joedodibroto dan Susanti W; Purwo-Hadiwidjoyo*. 4 ed. Bandung: Penerbit ITB.
- Purwaningsih, Y., 2006. *Dua Senyawa Santon Sebagai Anti Oksidan dari Kayu Batang G. tetrandra Pierre*. Surabaya: Kimia ITS.
- Risky, E., Siripong, P. & Khumkratok, S., 2016. New Depsidones and Xanthone From The Roots Of *Garcinia Schomburgkian*. *Fitoterapia*, Volume 111, pp. 73-77.
- Riyanto, A., 2006. *Isolasi dan Uji Bakterial Senyawa Santon dari Kayu Akar G. tetrandra Pierre*, Surabaya: ITS.

- Rizani, N. & Ersam, T., 2006. *Dua Senyawa Santon Diprenilasi dari Ekstrak Diklorometana Kulit Akar (G. tetrandra Pierre)*. Surabaya, Unesa, pp. 370-378.
- Silva, A. M. S, 2005. Stucture Elucidation of Xanthone Derivatives: Studies of Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy,. *Current Medical Chemistry*, Volume 12, pp. 2481-2497.
- Silverstein, R. M, Webster, F. X & Kiemle, D. J, 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 7 ed. USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Solomon, K., Giddings, . J. & SJ, M., 2001. Probabilistic risk assessment of cotton pyrethroids: I. Distributional analyses of laboratory aquatic toxicity data. *Environ Toxicol Chem*, Volume 20, pp. 652-659.
- Sosef, M., Hong, L. & Prawirohatmodjo, S., 1998. *PROSEA (Plant Resources of South East Asia) Timbel trees: Lesser-known Timber*. Leyden: Backhuys.
- Steenis, G. G. J. V, Hoed, D., Bloembergen, S & Eyma, P. J, 1975. *Flora untuk Sekolah di Indonesia*. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Sukandar, E. R., 2014. *1-Hidroksi-5,6,7,8-Tetrametoksi-(3',3':2,3)-DimetilPiranosanton dari Ekstrak Metanol Kulit Batang Garcinia cylindrocarpa* Konsterm. Surabaya: Jurusan Kimia ITS.
- Suksamrarn, S. et al., 2003. Antimycobacterial Activity of Prenylated Xanthones from The Fruits of *Garcinia Mangostana*. *J. Nat. Prod*, Volume 65, pp. 761-763.
- Sultanbawa, M., 1980. Xathonoids of tropical plants. *Tetrahedron*, Volume 36, pp. 1465-1506.
- Sumaryono, W., 1999. *Produksi Metabolit Sekunder Tanaman Secara Bioteknologi*. Jakarta, Universitas Indonesia.
- Supratman, U., 2010. *Elusidasi Stuktur Senyawa Organik*. Bandung: Widya Padjadjaran.

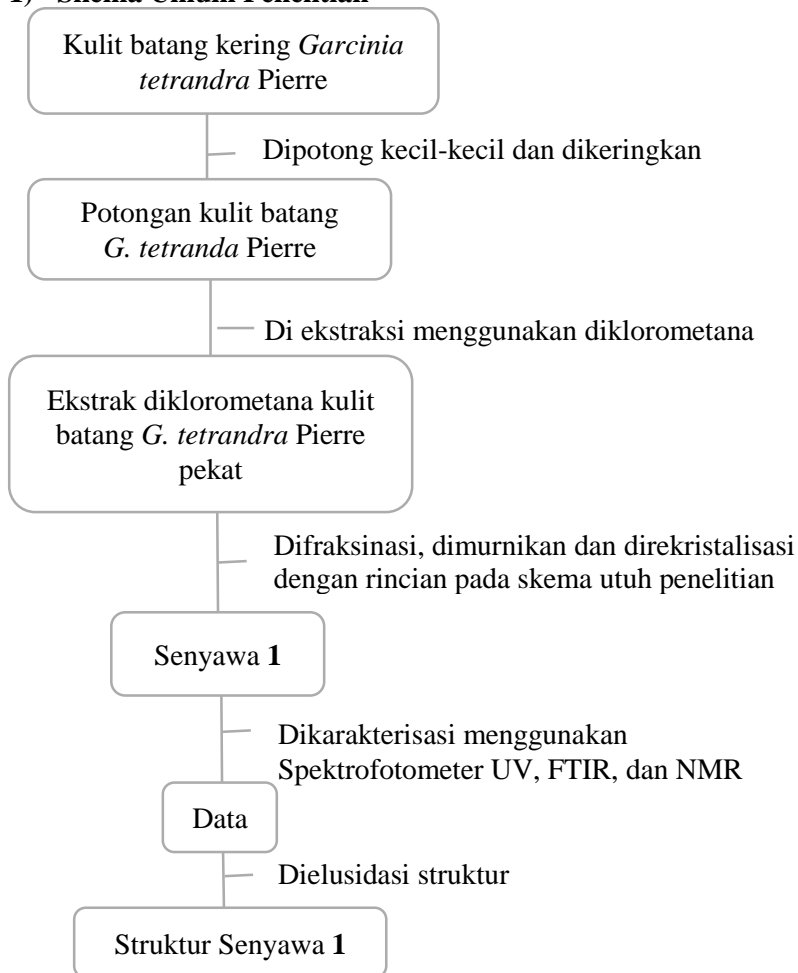
- Tanaka, N., Kashiwada, Y., Yong, S. & Takaishi, Y., 2009. Xanthones From *Hypericum Chinense* and Their Cytotoxicity Evaluation. *Phytochemistry*, Volume 70, pp. 1456-1461.
- Tang, Z., Xia, Z., Qiao, S. & Jiang, C., 2015. Four New Cytotoxic Xanthones from *Garcinia nuijiangensis*. *Fitoterapia*, Volume 102, pp. 109-1114.
- Underwood, A. L., 1978. *Analisis Kimia Kuantitatif*. 6th penyunt. Jakarta: Erlangga.
- Wahjuni, T., 2008. *Dua Santon Terpenilasi dan Uji Antioksidan pada Ekstrak n-Heksana dari Kulit Batang G. tetrandra Pierre*. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
- Wijayanto, B., 2006. *Isolasi Santon Terpenilasi dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung*, Surabaya: ITS.
- Wijayanto, B. & Ersam, T., 2006. *Isolasi 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2-(3-metoksi-3-metilbut-1-enil)-8-prenilsanton dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (G. tetrandra Pierre)*. Surabaya, Unesa, pp. 114-122.
- Won, H. et al., 2011. -Glucosidase inhibition and antihyperglycemic activity of prenylated xanthones from *Garcinia mangostana*.. *Phytochemistry*, Volume 72, pp. 2148-2154.
- Wulandari, A. W., 2017. *Isolasi Dua Senyawa Santon dari Ekstrak Batang Metilen Klorida G. tetrandra Pierre*. Surabaya: Departemen Kimia FIA-ITS.
- Zhang, C., 2007. *Fundamentals of Enviromental Sampling and Analysis*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Zhang, Y., Song, Z. & Hao, J., 2010. Two New Prenylated Xanthones and A New Prenylated Tetrahydroxanthone

from The Pericarp of *Garcinia mangostana*. *Fitoterapia*,
Volume 81, pp. 595-599.

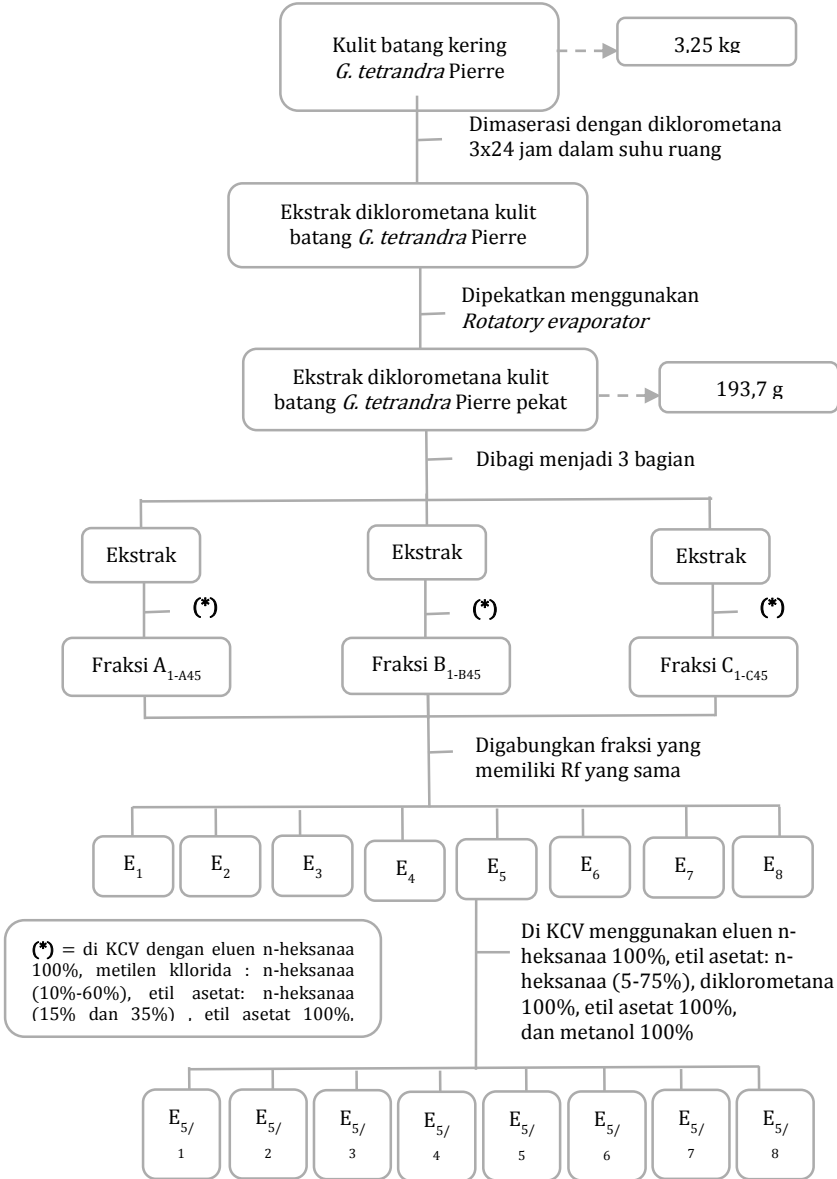
”Halaman ini sengaja dikosongkan”

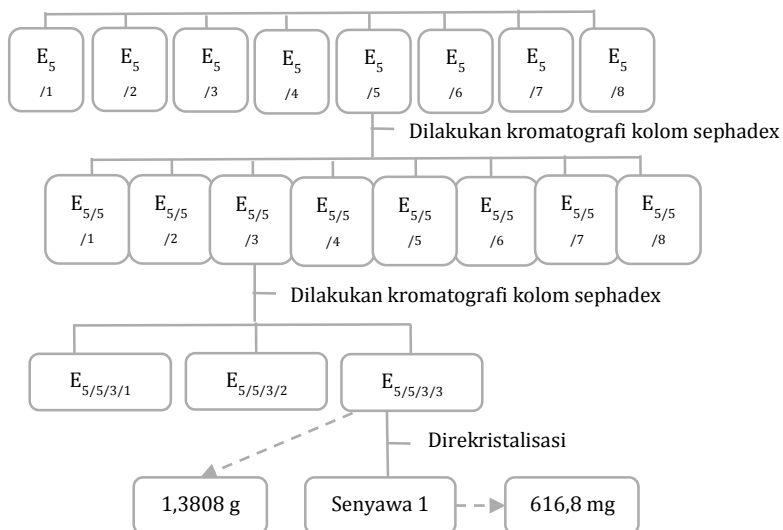
LAMPIRAN

1) Skema Umum Penelitian



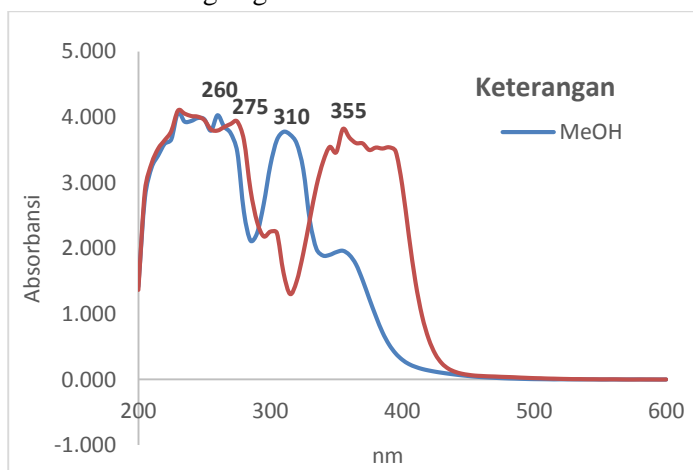
2) Skema Utuh Penelitian





3) Data Penentuan Struktur Senyawa

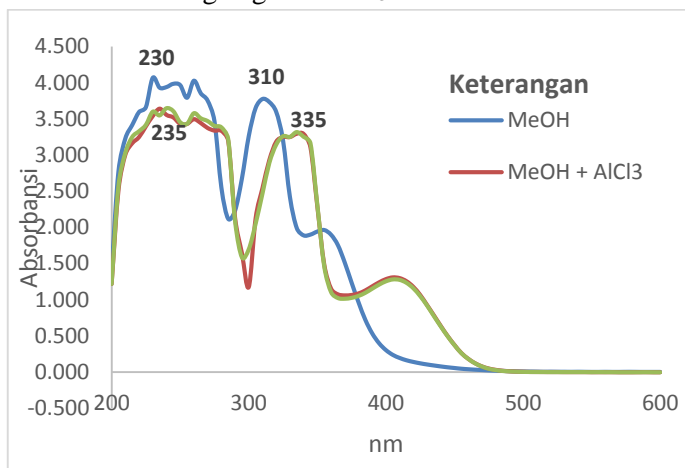
- a. Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser NaOH



Puncak pada grafik diatas terletak pada (λ , nm) :

Senyawa 1 + MeOH	Senyawa 1 + MeOH + NaOH
260 nm	275 nm
310 nm	355 nm

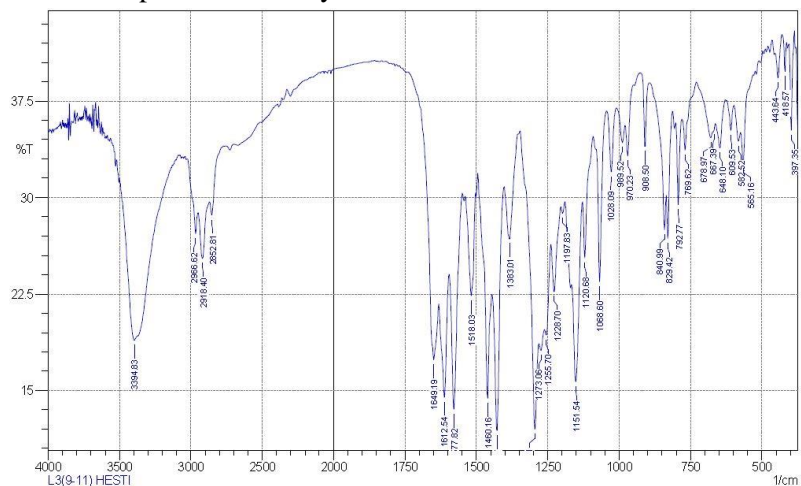
- b. Spektrum UV senyawa 1 dalam pelarut MeOH dan setelah ditambahkan reagen geser AlCl_3 dan HCl



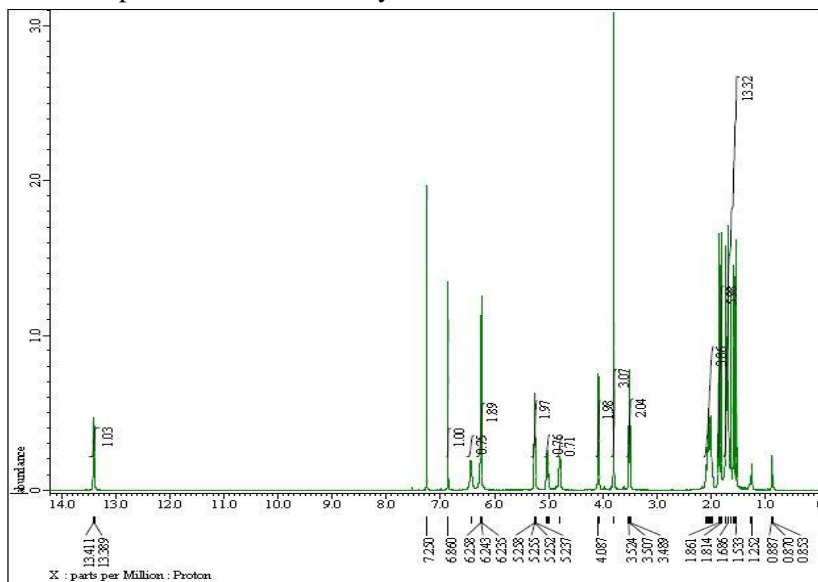
Puncak pada grafik diatas terletak pada (λ , nm) :

Senyawa 1 + MeOH	Senyawa 1 + MeOH + AlCl_3	Senyawa 1 + MeOH + AlCl_3 + HCl
230 nm	235 nm	235 nm
310 nm	335 nm	335 nm

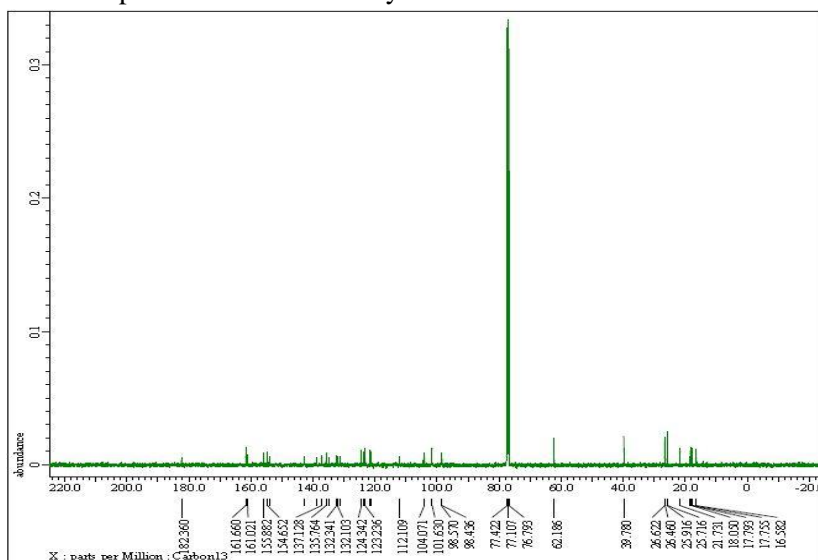
c. Spektrum IR senyawa 1



d. Spektrum ^1H -NMR senyawa 1



e. Spektrum ^{13}C -NMR senyawa 1



Biodata Penulis



Penulis bernama Hesti Selfiana Dwi Jayanti yang dilahirkan di Kediri pada tanggal 22 September 1995. Penulis merupakan anak kedua dari Muntinah dan Seger Waras Susanto. Penulis pernah menempuh pendidikan di SDN Besowo 3, SMPN 2 Pare, SMAN 2 Pare. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di Departemen Kimia Fakultas Ilmu Alam (FIA) Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) melalui jalur SNMPTN pada tahun 2014 dan terdaftar sebagai mahasiswa Kimia dengan NRP 01211440000042. Penulis pernah melakukan magang di PT Telkomsel Cabang Surabaya Utara. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif berorganisasi. Penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2015/2016, staff Kementerian Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) ITS periode 2015/2016, serta Kepala Bidang Kaderisasi Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa periode 2016/2017. Penulis menyelesaikan pendidikan di Departemen Kimia FIA-ITS dengan mengambil tugas akhir yang berjudul “Digeranilasi Santon Pada Ekstrak Diklorometana Kulit Batang Wadung (*G. tetrandra* Pierre)” dengan dosen pembimbing Prof. Dr. Taslim Ersam. Penulis bisa diajak diskusi mengenai tugas akhir maupun topik lainnya melalui email hesti_selfiana@gmail.com.

”Halaman ini sengaja dikosongkan”